

GUSTAVO ADOLFO RODRIGUES PAZ

INFLUÊNCIA DA POROSIDADE E DA ADIÇÃO DE HBN NA  
CAPACIDADE DE AMORTECIMENTO DE VIBRAÇÕES E  
RESISTÊNCIA MECÂNICA DE FERRO SINTERIZADO

Dissertação de Mestrado apresentada ao  
Programa de Pós-Graduação em Ciência  
e Engenharia de Materiais, como  
requisito parcial para a obtenção do grau  
de Mestre em Ciência e Engenharia de  
Materiais.

Orientador: Aloisio Nelmo Klein  
Coorientador: Cristiano Binder

FLORIANÓPOLIS  
2016

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,  
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Paz, Gustavo Adolfo Rodrigues

INFLUÊNCIA DA POROSIDADE E DA ADIÇÃO DE HBN NA  
CAPACIDADE DE AMORTECIMENTO DE VIBRAÇÕES E RESISTÊNCIA  
MECÂNICA DE FERRO SINTERIZADO / Gustavo Adolfo Rodrigues  
Paz ; orientador, Aloisio Nelmo Klein ; coorientador,  
Cristiano Binder. - Florianópolis, SC, 2015.

101 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa  
Catarina, Centro Tecnológico. Programa de Pós-Graduação em  
Ciência e Engenharia de Materiais.

Inclui referências

1. Ciência e Engenharia de Materiais. 2. Metalurgia do  
pó. 3. Nitreto de boro Hexagonal. 4. Compósito de matriz  
ferrosa. 5. Amortecimento de vibrações. I. Nelmo Klein,  
Aloisio . II. Binder, Cristiano. III. Universidade Federal  
de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Ciência e  
Engenharia de Materiais. IV. Título.

# INFLUÊNCIA DA POROSIDADE E DA ADIÇÃO DE HBN NA CAPACIDADE DE AMORTECIMENTO DE VIBRAÇÕES E RESISTÊNCIA MECÂNICA DE FERRO SINTERIZADO

Esta Dissertação foi julgada adequada para obtenção do Título de  
“Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais” e aprovada em sua  
forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia  
de Materiais.

Florianópolis, 09 de Março de 2016.

---

Prof. Dr. Antônio Pedro Novaes de Oliveira  
Coordenador do Curso

---

Prof. Dr. Ing. Aloísio Nelmo Klein  
Orientador

---

Dr. Eng. Cristiano Binder  
Coorientador

*Banca Examinadora:*

---

Prof. Dr. Eng. Arcanjo Lenzi

---

Prof. Dr. Eng. João Batista  
Rodrigues Neto

---

Prof. Dr. Ing. Lirio Schaeffer



A meus pais pelo apoio  
incondicional e por terem me  
propiciado a oportunidade de me  
dedicar exclusivamente à minha  
formação.



## AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço aos meus pais, cujo esforço e apoio ao longo de toda minha vida me possibilitaram chegar até aqui. Tudo que eu realizar só é possível porque desde o início tive essas duas pessoas empenhando-se ao máximo em prol da minha formação pessoal e profissional.

Agradeço especialmente aos meus orientadores, Prof. Dr. Ing. Aloisio Nelmo Klein e Dr. Cristiano Binder, pelos conhecimentos passados, por ajudarem a me manter motivado e principalmente pela confiança depositada em mim diante do desafio proposto. Mais do que orientadores, se mostraram mentores cuja contribuição para minha formação profissional ecoará para muito além deste trabalho.

Um agradecimento especial ao aluno de iniciação científica Bráulio Campos que participou do projeto desde o início e foi peça fundamental para a realização deste mestrado.

A todos os diretamente envolvidos na execução deste estudo. Ao Prof. Arcanjo Lenzi e aos alunos Aldren e Fábio do LVA-UFSC pelo auxílio na elaboração de ensaios dinâmicos. Aos alunos Felipe e Manoella do Cimject UFSC pelo auxílio na utilização do DMA. Ao Prof. Celso Peres e ao Dr. Anderson do LMPT pelo auxílio na utilização do microtomógrafo. Aos profissionais do laboratório de fabricação mecânica do IFSC, em especial ao Charles pelo auxílio na usinagem de peças.

Aproveito para agradecer a todos os colegas e amigos. Pessoas como Renan Giacomelli, Pedro Soprano, Guilherme Neves, Darabas, Guilherme Pereira, Itamar, Thiago, Renato, Priscila, Gustavo e Pedro Shioga, Fred, Anderson, Heitor, Eduardo, Roda, Gisele, Tatiana, Kaline, Rafaela, Ricardo, Diego Salvaro, Júlia, Alex, Prof. Valderes, Prof Sônia, Prof. João Batista, Diego Barbosa, Neto, Alexandre, Isadora, Gallo, Maísa, Francesco, Aldo e Juan que sempre se fizeram presentes.

Às minhas irmãs, meu primo Gabriel e a Poliana Morastoni pela amizade e carinho

À empresa Whirlpool-Embraco, BNDES e a CAPES pelo financiamento da pesquisa.

E finalmente, a todos aqueles que contribuíram, de maneira direta ou indireta, para o sucesso deste mestrado.





"If you're the smartest person in the  
room, you're in the wrong room.  
Stay Humble. Keep learning."

*Autor desconhecido*



## RESUMO

Metais com alta capacidade de amortecimento são materiais promissores para o controle passivo de vibrações, especialmente quando polímeros não podem ser aplicados. A metalurgia do pó pode levar ao desenvolvimento de materiais de alta capacidade de amortecimento inovadores através da possibilidade de acurado design microestrutural, o que pode permitir combinar diversos micromecanismos de amortecimento. Este trabalho avaliou com sucesso a influência de poros e partículas HBN sobre a vibração capacidade de amortecimento de ferro puro sinterizado. Para tal, as amostras foram produzidas com diferentes pressões de compactação, a fim de atingir diferentes teores de porosidade residual de, aproximadamente, 14, 18, 22 e 30%. Compósitos de matriz ferrosa contendo 2,5, 5,0, 7,5 e 10,0 % vol. de nitreto de boro hexagonal (hBN) disperso também foram produzidos. Ambos materiais, ferro puro e compósitos ferro-hBN, mostraram uma capacidade de amortecimento profundamente dependente da amplitude de vibração. Maiores amplitudes de deformação levam a uma maior capacidade de amortecimento, como resultado de maior nível de energia disponível para ativar seus mecanismos de amortecimento. Menores pressões de compactação levam a formação de poros maiores, mas a maioria das partículas de hBN, cisalhadas e partidas durante a compactação, são maiores, mais alongadas e com bordas mais agudas do que qualquer poro detectado. Ambos constituintes microestruturais levam à redução das propriedades mecânicas, mas o hBN promove uma fragilização maior como resultado da redução da continuidade da matriz do compósito gerado. Esta é uma consequência dos aglomerados hBN que são prensados e espalhados entre as partículas de ferro, impedindo a formação de contatos metal-metal e, consequentemente, impedindo a difusão e assim a densificação do compósito. A vantagem deste fato é a introdução de um novo micromecanismo de amortecimento: o atrito entre estas interfaces fracamente ligadas. Este comportamento, associado à capacidade intrínseca de amortecimento do hBN, leva a um crescimento exponencial da capacidade de amortecimento do compósito final, a medida que se aumenta o percentual deste sólido lamelar. A adição de 10% vol. de hBN leva a uma capacidade de amortecimento três vezes maior do que as amostras de ferro puro. No entanto, esta quantidade de hBN conduz também a uma tensão de falha durante os ensaios de tração de apenas 31 MPa, com alongamento máximo de apenas 0,4 %. Por outro lado, um aumento na percentagem e tamanho dos poros não conduz a um aumento representativo na capacidade de amortecimento do ferro

sinterizado. Apesar de atuarem como concentradores de tensão, assim favorecendo mecanismos dependentes da amplitude de deformação na matriz adjacente, poros também reduzem o volume efetivo de material dissipando energia mecânica. A capacidade de amortecimento constante resultante pode ser explicada como uma redução simultânea de ambos os módulos de armazenamento e de perda.

**Palavras-chave:** amortecimento de vibrações, atrito interno dependente da amplitude, metalurgia do pó, porosidade, ferro sinterizado, nítreto de boro hexagonal.

## ABSTRACT

High damping metals are promising materials for passive vibration control, especially when polymers cannot be applied. Powder metallurgy can lead to innovative high damping materials through precise microstructure designing, which may allow combine many different damping micromechanisms. This work successfully evaluated the influence of pores and hBN particles on the vibration damping capacity of sintered iron. To this end, samples were produced using different pressing loads in order to achieve different residual porosity of approximately, 14, 18, 22 and 30%. Iron matrix composites containing 2.5, 5.0, 7.5 and 10.0 %vol. of dispersed hexagonal boron nitride (hBN) particles were also produced. Both pure iron and iron-hBN composite samples showed a damping capacity deeply dependent of the strain amplitude. Higher strain amplitudes lead to higher damping capacity as a result of higher energy amounts available to activate their damping mechanisms. Lower compaction load leads to bigger pores, but the majority of the hBN particles, which are smeared, sheared and cracked during compaction are bigger, more elongated and with shaper edges than any detected pore. Both microstructural features lead to lower mechanical properties, but the hBN promotes a higher embrittlement as result of the reduction of matrix continuity. This is a consequence of the hBN agglomerates that are sheared in between the iron particles preventing the formation of metal-metal contacts, and consequently preventing diffusion and densification. The upside of this fact is the introduction of new damping micromechanism, the friction between this loosely bonded interfaces, i.e., particles can rub each other during cyclic loads dissipating mechanical energy. This behavior, associated with the hBN's intrinsic damping capacity lead to an exponential growth of the composite's final damping capacity by the introduction of this lamellar solid. The introduction of 10 %vol. of hBN leads to a damping capacity three times greater than the pure iron samples. However, this amount of hBN leads also to a failure tensile stress of only 31 MPa, with maximum elongation of only 0.4 %. On the other hand, a higher pore percentage do not lead to a representative increase in the damping capacity of sintered iron. Despite acting as stress concentrators, thus favoring amplitude-dependent mechanisms at the adjacent matrix, pores also reduce the effective volume dissipating mechanical energy. The resulting constant damping capacity can be explained as a simultaneous reduction of both storage and loss moduli.

**Key-words:** Damping capacity, amplitude-dependent internal friction, powder metallurgy, porosity, iron, hexagonal boron nitride.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Tensão e deformação em função do tempo em um carregamento dinâmico. ....	32
Figura 2: Representação gráfica do pico de ressonância com as frequências utilizadas para determinar o fator de qualidade. ....	34
Figura 3: Representação esquemática da queda da amplitude (A) ao longo do tempo (t) durante vibração livre. ....	35
Figura 4: Comparativo genérico do módulo de perda e rigidez de materiais poliméricos, metálicos e cerâmicos. ....	36
Figura 5: Concentração de tensões ao redor de poros esféricos geometricamente distribuídos. Regiões de concentração mostradas como linhas pretas através de um experimento de foto-elasticidade. ....	42
Figura 6: Variação do módulo elástico e amortecimento em função da densidade do ferro sinterizado compactado a diferentes pressões. ...	43
Figura 7: Variação do módulo elástico e amortecimento em função do teor de grafite adicionado do ferro sinterizado a diferentes temperaturas. ....	45
Figura 8: Partículas de cristais de hBN (à esquerda) e aglomerados destes cristais (à direita), imagens obtidas com 1000 e 100X de aumento em microscópio eletrônico de varredura.....	49
Figura 9: Fluxograma das técnicas de processamento e caracterização de materiais empregados. ....	50
Figura 10: Geometria e dimensões dos corpos de prova tipo “cotonete” utilizado nos ensaios de tração. ....	52
Figura 11: Ciclo térmico utilizado contendo patamar de extração de lubrificante e de sinterização. ....	53
Figura 12: Representação da vizinhança-8 de um pixel. ....	56
Figura 13: Micrografias durante diferentes etapas da análise de imagens: (a) foto original, (b) foto em tons de cinza, (c) foto binarizada e (d) foto com as descontinuidades detectadas em vermelho. ....	56
Figura 14: Parâmetros morfológicos levantados na análise de imagens (a) diâmetro de Feret, (b) razão de aspecto, (c) alongamento e (d) fator de forma. ....	57
Figura 15: Representação esquemática da configuração <i>single cantilever</i> utilizada no DMA.....	59
Figura 16: Percentual de poros residuais nos estados a verde e sinterizado. ....	61
Figura 17: Micrografia das amostras F2 e F5 obtidas em microscópio óptico, sem ataque e magnificação de 200X. ....	62

Figura 18: Micrografia das amostras H2 e H10 obtidas em microscópio óptico, sem ataque e magnificação de 200X.....	63
Figura 19: Micrografia da amostra H7 obtida em microscópio óptico, atacada com Nital 2 % e magnificação de 500X.....	64
Figura 20: Imagens da amostra H10 obtidas através de microtomografia de raios-x. Uma única seção transversal (a) e a reconstrução 3D com 980 seções empilhadas.....	65
Figura 21: Imagem obtida em microtomógrafo de uma coluna de pó de hBN sobre uma coluna de pó de ferro.....	66
Figura 22: Imagem obtida em microtomógrafo de uma coluna de pó de hBN sobre uma coluna de pó de ferro.....	67
Figura 23: Fratografia da amostra H10 obtida em MEV com elétrons secundários com aumento de (a) 500 e (b) 2000X. A seta indica uma partícula de hBN comprimida entre partículas de ferro.....	68
Figura 24: Número e percentual médio de descontinuidades identificadas via análise de imagens para as oito condições analisadas.....	70
Figura 25: Histogramas da distribuição de tamanho das descontinuidades em termos de diâmetro máximo de Ferret obtidas via análise de imagens para as amostras de ferro puro.....	72
Figura 26: Histogramas da distribuição de tamanho das descontinuidades em termos de diâmetro máximo de Ferret obtidas via análise de imagens para as amostras de compósito de ferro-hBN .....	73
Figura 27: Histogramas da distribuição do fator de forma das descontinuidades obtidas via análise de imagens para as amostras de ferro puro.....	74
Figura 28: Histogramas da distribuição do fator de forma das descontinuidades obtidas via análise de imagens para as amostras de compósito de ferro-hBN .....	75
Figura 29: Histogramas da distribuição da razão de aspecto das descontinuidades obtidas via análise de imagens para as amostras de ferro puro.....	76
Figura 30: : Histogramas da distribuição da razão de aspecto das descontinuidades obtidas via análise de imagens para as amostras de compósito de ferro-hBN.....	77
Figura 31: Micrografia da amostras F2 obtida em microscópio óptico, sem ataque e magnificação de 500X, seta indicando exemplo de pequenos poros primários predominantes.....	78
Figura 32: Diâmetro máximo de Ferret das 25 maiores descontinuidades identificadas para cada material analisado.....	79
Figura 33: Tamanho de grão médio medido via análise de imagens.....	80



Figura 34: Curva tensão-deformação característica de cada material testado. ....	82
Figura 35: Valores médios de tensão de escoamento e ruptura e alongamento máximo obtidos em testes de tração. ....	82
Figura 36: Curvas de amortecimento (fator de perda, $\eta$ ) em função da amplitude de deformação dos três corpos de prova das amostras de (a) ferro puro e (b) compósitos ferro-hBN.....	84
Figura 37: Amortecimento médio (fator de perda, $\eta$ ) para diferentes amplitudes de amortecimento conforme medido no DMA para os oito materiais avaliados. ....	87
Figura 38: Resultado na literatura de amortecimento dependente da amplitude para ferros fundidos cinzentos de matriz ferrítica (FoFo-f), martensíticas (FoFo-m) e perlítica (FoFo-p) e do grafite puro medido com mesmo equipamento e configuração de ensaio deste estudo.....	88
Figura 39: Módulo de perda e de armazenamento médios, medidos no DMA a uma amplitude de $4 \times 10^{-4}$ .....	90
Figura 40: Efeito simultâneo das variáveis na resistência mecânica e capacidade de amortecimento das amostras, representados pela tensão de escoamento média e fator de perda médio a uma amplitude de $4 \times 10^{-4}$ . ....	92



## **LISTA DE QUADROS E TABELAS**

Quadro 1: Matérias primas utilizadas.....	49
Quadro 2: Composição das misturas .....	50
Quadro 3: Especificação dos oito materiais estudados.....	52



## LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIACÕES

- dB: Decibel
- E: Módulo de Young
- $\tilde{E}$ : Módulo de elasticidade complexo
- $E'$ : Módulo de armazenamento
- $E''$ : Módulo de perda
- fr: Frequência de ressonância
- HDM: *High Damping Metal* (metal com alta capacidade de amortecimento)
- Hz: Hertz
- k: Rigidez /Constante de Boltzman
- m: Massa
- N: Newton
- $Q^{-1}$ : Inverso do fator de qualidade
- T: Temperatura
- W: Energia mecânica armazenada pelo material em um ciclo
- $\Delta W$ : Energia mecânica dissipada pelo material em um ciclo
- $\epsilon$ : Deformação
- $\epsilon_a$ : Deformação anelástica
- $\epsilon_e$ : Deformação elástica
- $\Phi$ : Ângulo de defasagem entre tensão e deformação
- $\delta$ : Decaimento logarítmico
- $\sigma$ : Tensão
- $\eta$ : Fator de perda
- $\Psi$ : Capacidade específica de amortecimento



## SUMÁRIO

1. Introdução .....	25
2. Objetivos .....	29
2.1. Objetivo Geral .....	29
2.2. Objetivos específicos .....	29
3. Revisão Bibliográfica.....	31
3.1. Amortecimento interno de vibrações.....	31
3.2. Amortecimento de vibrações em materiais metálicos.....	37
3.2.1. Amortecimento em compósitos de matriz metálica .....	40
3.2.2. Amortecimento em metais sinterizados.....	42
3.3. Caracterização do amortecimento interno.....	45
4. Procedimento Experimental .....	49
4.1. Matérias primas e Misturas.....	49
4.1.1. Preparação das misturas de pós .....	51
4.1.2. Compactação das misturas .....	51
4.1.3. Sinterização .....	52
4.1.4. Adequação dimensional .....	53
4.2. Processos de Caracterização .....	54
4.2.1. Determinação da densidade.....	54
4.2.2. Caracterização microestrutural.....	54
4.2.3. Análise de imagens.....	55
4.2.4. Microtomografia de raios-x.....	57
4.2.5. Microdureza .....	58
4.2.6. Ensaio de tração.....	58
4.2.7. Caracterização do amortecimento .....	58
5. Resultados e Discussão .....	61
5.1. Caracterização microestrutural .....	61
5.1.1. Caracterização quantitativa da microestrutura .....	70
5.2. Resistência mecânica.....	81
5.3. Amortecimento interno.....	83
6. Conclusões .....	93
7. Sugestões Para Trabalhos Futuros.....	97
Referências.....	99





## 1. INTRODUÇÃO

Vibrações mecânicas podem acarretar uma série de problemas a equipamentos, estruturas e pessoas. Os efeitos deletérios de oscilações mecânicas incluem desconforto e doenças degenerativas aos indivíduos a elas submetidos. Além disso, há a geração de ruído, redução da durabilidade (por efeito da fadiga), comprometimento da estabilidade estrutural e dificuldade do controle de posicionamento (RAO, 2004). Consequentemente, inúmeros componentes ou sistemas de engenharia se deparam com uma sempre crescente demanda por melhor controle de vibrações mecânicas indesejadas (TIMOSHENKO, 1937).

Em muitas aplicações recorre-se a meios externos de amortecimento, como o emprego de dispositivos amortecedores, ou uma combinação de sensores e atuadores para um controle ativo de vibrações. O controle de vibrações mediante emprego de materiais com alta capacidade de amortecimento se torna especialmente interessante em situações limite, onde dispositivos amortecedores não podem ser empregados por limitações de design, ambientais ou financeiras (RITCHIE et al., 1987). Os materiais mais comumente aplicados no amortecimento de vibrações mecânicas são polímeros, em especial elastômeros, por conta de seu caráter pronunciadamente viscoelástico (CHUNG, 2001; NASHIF; JONES; HENDERSON, 1985).

No entanto, os materiais poliméricos também apresentam uma série de limitações, como reduzida resistência mecânica e baixa estabilidade térmica quando comparado com metais. Além disso, polímeros também apresentam uma capacidade de amortecimento fortemente dependente da temperatura e frequência de vibração (JAMES, 1968). Naturalmente, isso restringe sua aplicação em situações na qual estejam expostos a uma ampla faixa de frequência e temperatura.

Por outro lado, metais com alta capacidade de amortecimento são de extrema relevância à aplicações estruturais, onde alta capacidade de amortecimento precisa coexistir com elevadas propriedades mecânicas (BIRCHON, 1966; RITCHIE; PAN, 1991). Complementarmente, sua capacidade de amortecimento é, em muitos casos, virtualmente independente da frequência e menos sensível à temperatura do que os polímeros (RITCHIE et al., 1987; SCHALLER, 2003).

De maneira genérica, os metais com alta capacidade de amortecimento interno são predominantemente nomeados de HDMs ou hidamets - do inglês *high damping metals*.

Historicamente, pesquisas a respeito do amortecimento de vibrações em materiais metálicos começaram sob a óptica da física do

estado sólido, com foco em mecanismos de histerese dinâmica. Neste estágio, da década de 40 a 70, explicar os fenômenos relacionando-os a modelos microestruturais era prioridade perante a maximização do amortecimento total ou viabilização de materiais para aplicação prática. Os trabalhos Zener (1949), Granato e Lücke (1964), Nowick e Berry (1972) são exemplos deste foco fenomenológico.

Somente com o advento de técnicas mais precisas de medição de amortecimento e com a base fenomenológica já desenvolvida é que se começou a desenvolver HDMs com foco prático. Com a corrida tecnológica durante a guerra fria o foco de pesquisa migrou para explorar e maximizar os mecanismos que geram um amortecimento relevante em aplicações práticas. Diversos materiais metálicos, ligas ou compósitos, foram desenvolvidos para aplicação nos setores aeroespacial e militar (como em hélices de submarinos, por exemplo) (RITCHIE; PAN, 1991).

No entanto, o uso de HDMs em aplicações cotidianas continua sendo extremamente escasso por uma série de limitações técnicas ou financeiras. Mesmo assim a maior dificuldade técnica no desenvolvimento de HDMs reside na própria definição física do amortecimento, que é inversamente proporcional à rigidez. Esforços em aumentar uma dessas propriedades conflitantes acarreta invariavelmente a redução da outra.

Neste contexto, HDMs à base de ferro são especialmente relevantes quando comparados com outros HDMs não-ferrosos mais amplamente difundidos como ligas a base de Mg e ligas com memória de forma, como o Nitinol. A vantagem dos ferrosos reside em apresentar propriedades mecânicas superiores e menor custo do que os principais HDMs não-ferrosos. Tal característica garante seu emprego em diversas aplicações estruturais, mesmo que ainda tenham capacidade de amortecimento levemente inferior a outros HMDS. O melhor exemplo deste conceito são os ferros fundidos, em especial os cinzentos. Estes materiais são os mais conhecidos HDMs, amplamente aplicados em estruturas de máquinas e equipamentos desde meados da própria revolução industrial (VISNAPUU; NASH; TURNER, 1987).

Uma das mais exploradas e mais bem-sucedidas abordagens adotadas na pesquisa de HDMs é a de desenvolver compósitos de matriz metálica. Neste caso é possível, por exemplo, ter-se uma matriz metálica que ofereça elevada resistência mecânica e partículas de segunda fase que contribuam para a alta capacidade de amortecimento. Assim, pode-se dissociar estas duas propriedades essencialmente conflitantes, tornando possível que coexistam e se complementem (Lu et al., 2009).

A metalurgia do pó permite o controle e projeto microestrutural, sendo possível planejar com considerável precisão a composição, distribuição e tamanho das fases presentes. Ou seja, através dessa técnica de fabricação é possível fazer o design microestrutural mais efetivo com vistas à otimização de uma propriedade específica. Além disso, é fato conhecido que os poros, sempre presentes nestes materiais sinterizados, são muitas vezes benéficos à capacidade de amortecimento (LIAN; MARLER; LI, 1995; MARTIROSYAN, 1986). Portanto, esta técnica é vantajosa para o desenvolvimento de HDMs se comparada à outras rotas de processamento como a fundição.

Tendo em vista este cenário, foi planejado iniciar uma nova linha de pesquisa no Laboratório de Materiais (LabMat-UFSC) visando a criação de um material metálico com alta capacidade de amortecimento de vibrações. Em outras palavras, pretende-se utilizar o conhecimento e experiência em metalurgia do pó adquirido ao longo de mais de 30 anos de atuação pelo grupo de pesquisa LabMat no desenvolvimento de HDMs ferrosos inovadores.

Este primeiro trabalho nesta nova linha tem o intuito de explorar questões básicas a respeito da capacidade de amortecimento de materiais ferrosos sinterizados. Espera-se que a dissertação aqui apresentada ofereça uma base para posterior desenvolvimento de ligas sinterizadas. Estima-se que através da metalurgia do pó seja possível combinar diferentes mecanismos de amortecimento, que através de outros processos de fabricação não poderiam coexistir num mesmo material. Esta abordagem, ainda relativamente inexplorada segundo a literatura técnica e análise de patentes, parte do princípio que possa existir sinergia entre diferentes micromecanismos de amortecimento.

Dois constituintes microestruturais foram escolhidos como foco deste estudo: poros e sólidos lamelares dispersos no volume. Para isolar a influência destas duas fases no comportamento dinâmico-mecânico do material foi adotada uma matriz de ferro puro.

Um material produzido a partir do pó possui invariavelmente algum percentual de poros residuais; portanto, é necessário entender a influência destes na capacidade de amortecimento de materiais sinterizados. A adição de sólidos lamelares é feita com o intuito de reproduzir mecanismos presentes nos ferros fundidos, onde a grafita dispersa no volume é responsável por grande parte do amortecimento destes materiais (GOLOVIN, 2012). No presente estudo adicionou-se nitreto de boro hexagonal (hBN) pelo fato deste material ser virtualmente inerte numa matriz ferrosa e não alterar as fases presentes na matriz como ocorreria com a adição de grafite.

Amostras foram fabricadas com diferentes percentuais de hBN e de poros e tiveram sua capacidade de amortecimento e resistência a tração avaliadas. Dessa maneira pretendeu-se quantificar a relação custo-benefício entre essas duas propriedades conflitantes. Complementarmente a microestrutura das amostras foi caracterizada de forma qualitativa e quantitativa, com o intuito de correlacionar parâmetros microestruturais com as propriedades supracitadas.

## 2. OBJETIVOS

### 2.1. OBJETIVO GERAL

O principal objetivo deste trabalho foi determinar a influência da porosidade e da adição de nitreto de boro hexagonal (hBN) na capacidade de amortecimento de materiais sinterizados com matriz de ferro puro. Paralelamente, objetivou-se avaliar a influência simultânea destes mesmos microconstituintes (poros e hBN) na resistência mecânica dos materiais produzidos. Ao fim esperou-se identificar a melhor relação custo-benefício entre estas duas características intrinsecamente conflitantes, amortecimento e resistência mecânica.

### 2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Os objetivos específicos do presente estudo foram:

- I. Determinar a influência da porosidade e de partículas de hBN na capacidade de amortecimento dependente da amplitude de ferro puro sinterizado;
- II. Determinar a resistência à tração em função dos diferentes percentuais de poros e hBN.
- III. Explicar os dados de resistência mecânica e amortecimento obtidos em termos de micromecanismos, correlacionando estas propriedades com a microestrutura dos materiais testados.



### 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A função de uma revisão bibliográfica é fornecer aos leitores do trabalho informações sobre a área de conhecimento abordada nos estudos, deixando claro tanto questões básicas quanto o estado da arte já publicado na literatura científica. A partir desses conceitos abordados os resultados poderão ser interpretados e discutidos.

Uma vez que o grupo de pesquisa do LabMat-UFSC já tem em seu histórico cerca de quinhentos trabalhos (teses, dissertações, patentes e artigos) produzidos desde 1985 envolvendo metalurgia do pó, este tema não será extensivamente revisado aqui. Caso o leitor sinta necessidade ou desejo de rever aspectos básicos a respeito da metalurgia do pó recomenda-se o livro dos professores Thümmler e Oberacker (1993) e German (1996). Ou ainda algumas teses e dissertações do PGMAT-UFSC orientadas pelo Prof. Klein como a de Hammes (2011) e Pavanati (2005).

Partindo destas premissas a revisão aqui apresentada aborda os principais conceitos envolvendo o amortecimento de vibrações em materiais metálicos. O capítulo é estruturado partindo de definições mais genéricas e gradualmente passando para questões mais específicas relativas ao estado da arte dos materiais estudados. Dentro deste escopo a revisão será focada em micromecanismos de dissipação de energia mecânica em ligas e compósitos de matriz metálica. Adicionalmente, ao fim deste capítulo, serão também considerados os principais conceitos a respeito das principais técnicas de caracterização do amortecimento interno de materiais metálicos.

#### 3.1. AMORTECIMENTO INTERNO DE VIBRAÇÕES

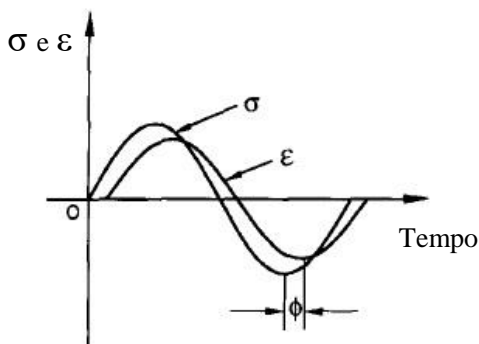
Modelos mecânicos clássicos descrevem um sistema vibratório como composto de um meio para armazenar energia potencial (molas ou deformações elásticas), um meio para armazenar energia cinética (massa ou corpo de inércia) e um meio pelo qual a energia é gradualmente dissipada (amortecedor). A vibração de um sistema envolve então a transformação de sua energia cinética para potencial e vice-versa, com perdas entre estes ciclos associadas ao amortecimento (BALACHANDRAN; MAGRAB, 2011).

Rao (2004) resume em seu livro diversos aspectos básicos a respeito de vibrações mecânicas baseado em princípios da mecânica clássica. Nesta obra o amortecimento de vibrações é definido como a “dissipação da energia mecânica de um sistema oscilatório através de sua conversão em outro tipo de energia, como calor”. Adicionalmente, do

ponto de vista prático, o amortecimento passivo de vibrações pode ser dividido em três grupos: amortecimento viscoso; amortecimento de Coulomb e amortecimento interno. Os dois primeiros são fontes externas de dissipação de energia baseados respectivamente em dissipação viscosa em fluidos ou por atrito. Ambos utilizados em mecanismos amortecedores externos, enquanto o terceiro se refere à energia mecânica dissipada dentro do próprio material.

Para materiais cristalinos ideais a teoria da elasticidade determina que a deformação resultante é proporcional a carga aplicada, ou seja, o material obedece a lei de Hooke. No entanto, a lei de Hooke não leva em conta o efeito do tempo, isto é, a lei assume que a carga aplicada e a deformação resultante estão perfeitamente em fase. Segundo os estudos clássicos de Maxwell, Boltzmann e Kelvin a resposta mecânica dos materiais é também função da taxa de aplicação de carga. Ou seja, como frisado por Nowick e Berry (1972), materiais reais reagem à aplicação de carga não só pela deformação elástica instantânea, mas também por uma deformação dependente do tempo atrasada em relação à aplicação de carga que é chamada de relaxação. A Figura 1 mostra de forma esquemática a defasagem entre tensão e deformação, onde  $\epsilon$  é a deformação,  $\sigma$  a tensão aplicada e  $\phi$  o ângulo de defasagem, também chamado de ângulo de perda.

**Figura 1: Tensão e deformação em função do tempo em um carregamento dinâmico.**



Fonte: Adaptado de Zhang et al. (1994).

Em um material idealmente elástico  $\phi$  é igual a zero e a relação entre  $\sigma$  e  $\epsilon$  é igual ao módulo de elasticidade, obedecendo assim a lei de Hooke; onde a perda de energia é nula. Analogamente, em um fluido com



comportamento puramente viscoso o ângulo  $\phi$  é igual a  $90^\circ$  e não há caráter elástico.

Tal qual sumarizado por Meyers e Chawla (2009) e por Nowick e Berry (1972), o comportamento dinâmico de materiais reais pode ser descrito por modelos viscoelásticos. A consequência prática desse fenômeno é que a energia despendida para promover a deformação elástica é maior que a recuperada quando se retira a carga externa. Portanto, a deformação real  $\epsilon$  em um material sob solicitação dinâmica é a resultante da parte elástica  $\epsilon_e$  somado à parte anelástica  $\epsilon_a$ . Consequentemente, tem-se que considerar o módulo complexo  $\bar{E}$  do material que é a soma de duas parcelas distintas, como disposto na equação 1

$$\bar{E} = E' + iE'' \quad (1)$$

A partir dessa definição de módulo elástico complexo pode-se afirmar que um material com elevada capacidade de amortecimento possui um elevado módulo de perda  $E''$ , ou seja, acentuado caráter viscoso. Consequentemente um material com elevado módulo de armazenamento  $E'$  apresenta um comportamento fortemente elástico que se aproxima de um sólido regido pela lei de Hooke.

O amortecimento de vibrações pode ser descrito matematica e graficamente de diferentes formas. Kinra e Wolfenden (1997) descrevem didaticamente estas diversas grandezas e equações utilizadas para descrever o amortecimento de vibrações.

A energia absorvida pelo material durante um ciclo ( $\Delta W$ ) dividida pela máxima energia armazenada elasticamente durante o mesmo ciclo ( $W$ ) define a propriedade chamada de capacidade específica de amortecimento ( $\Psi$ ) apresentada na equação 2. Esta propriedade juntamente com o fator de perda ( $\eta$ ), apresentado na equação 3, são as grandezas mais comumente utilizadas para mensurar a capacidade de amortecimento de um material.

$$\Psi = \Delta W/W \quad (2)$$

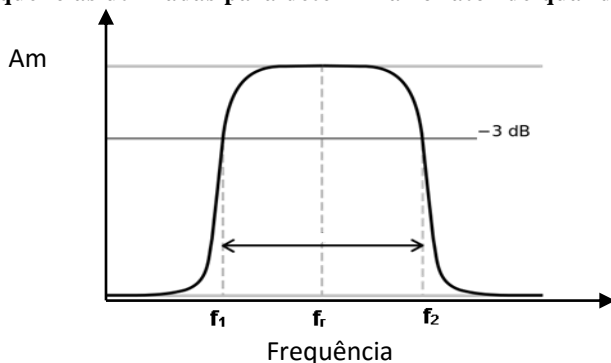
$$\eta = \Delta W/2\pi W \quad (3)$$

Muitas vezes se utiliza o inverso do fator de qualidade ( $Q^{-1}$ ) para expressar o amortecimento do material. Esta é uma grandeza adimensional que relaciona energia dissipada e energia armazenada elasticamente através da seguinte relação:

$$Q^{-1} = \Delta W / 2\pi W = \Psi / 2\pi \quad (4)$$

Graficamente, o fator de qualidade  $Q$  representa a largura dos picos de ressonância do material como forma de medir o nível de amortecimento do sistema. Quanto menor for o amortecimento mais estreito será o pico e vice-versa. Essa medida está representada na Figura 2.

**Figura 2: Representação gráfica do pico de ressonância com as frequências utilizadas para determinar o fator de qualidade.**



Fonte: Adaptado de Blanter et al. (2007).

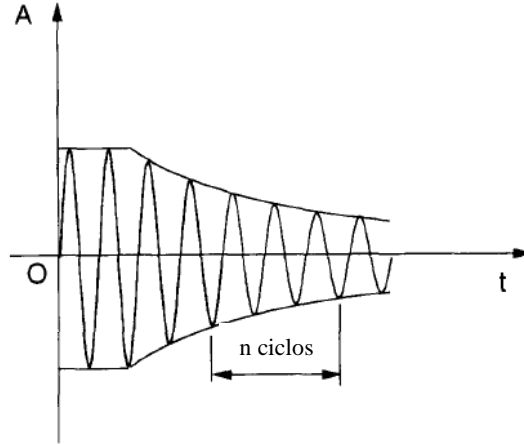
Neste gráfico  $f_r$  é a frequência de ressonância e  $f_1$  e  $f_2$  são as frequências nos pontos de intersecção da curva em formato de “sino” com a reta horizontal traçada a uma amplitude igual a  $1/\sqrt{2}$  de seu valor máximo. Este ponto também é chamado de *half power* ou  $-3 \text{ dB}$ . Dessa forma o inverso do fator de qualidade é definido em relação a esses valores de frequência de acordo com a equação 5.

$$Q^{-1} = (f_2 - f_1) / f_r \quad (5)$$

Entretanto o amortecimento interno não é caracterizado apenas por esta perda de energia decorrente da anelasticidade quando há a aplicação de carga externa (vibração forçada) e a consequente diminuição da amplitude de ressonância. A queda da amplitude de vibração num cenário de vibração livre (depois de cessada a aplicação de força externa) também é relevante no desempenho do material como amortecedor de vibrações.

A Figura 3 mostra de forma esquemática a queda da amplitude de vibração durante vibração livre (ZHANG et al., 1994).

**Figura 3: Representação esquemática da queda da amplitude (A) ao longo do tempo (t) durante vibração livre.**



Fonte: Adaptado de Zhang et al. (1994).

Neste caso de vibração livre a quantidade medida é o decaimento logarítmico  $\delta$  definido como:

$$\delta = \ln(A_n/A_{n+1}) \quad (6)$$

Nesta equação  $A_n$  é a amplitude de oscilação no  $n$ -ésimo ciclo de vibração livre.

Quando identifica-se apenas a viscoelasticidade linear (caracterizado pela curva histerética elíptica) e o amortecimento é baixo ( $\eta < 0.01$ ) pode-se relacionar a energia dissipada com a tangente do ângulo de perda ( $\tan \phi$ ) e com as outras grandezas apresentadas nas equações anteriores, tal qual mostrada na equação 7 (KINRA; WOLFENDEN, 1997).

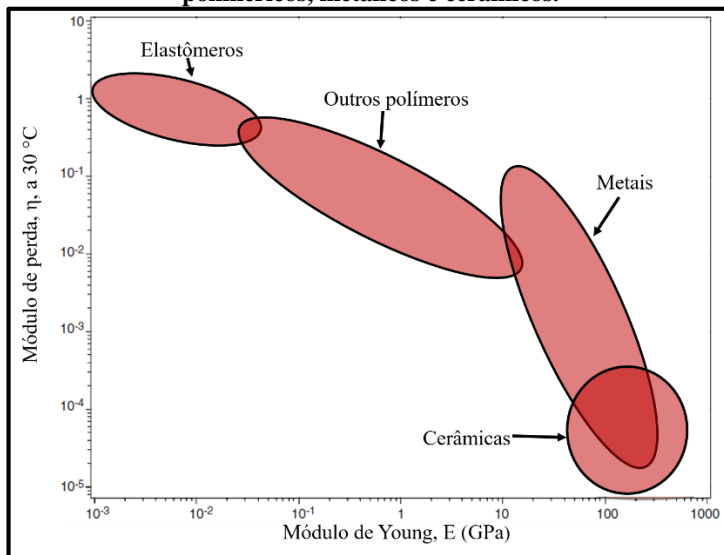
$$Q^{-1} = \Delta W / 2\pi W = \tan \phi = E''/E' = \varepsilon''/\varepsilon' = \eta = \Psi/2\pi = \delta/\pi \quad (7)$$

Os maiores valores de amortecimento interno são em alguns polímeros, como espumas e elastômetros e, portanto, estes são os materiais mais amplamente aplicados para amortecimento. Este

comportamento ocorre por conta de seu elevado caráter viscoso, ou seja, eles possuem uma elevada relação  $E''/E'$ , cerca de 3 a 4 ordens de grandeza maior que os metais (VÉR; BERANEK, 2005).

A Figura 4 mostra um gráfico feito por Ashby que expõe a relação conflitante entre capacidade de amortecimento (expressa em termos de fator de perda  $\eta$ ) e resistência mecânica (expressa em termos do módulo de elasticidade  $E$ ). Apesar do fator de perda ser fortemente dependente das condições de ensaio, este valor apresentado obtido em condições arbitrárias é um parâmetro indicativo para comparar a ordem de grandeza da diferença de amortecimento de diferentes classes de materiais.

**Figura 4: Comparativo genérico do módulo de perda e rigidez de materiais poliméricos, metálicos e cerâmicos.**



Fonte: Adaptado de Ashby (2005).

Neste gráfico fica claro que o coeficiente de perda e o módulo elástico são de fato propriedades conflitantes. Tal qual afirmado anteriormente quanto mais rígido o material menor sua capacidade de dissipar a energia mecânica, pois possui elevado módulo de armazenamento  $E'$ . A princípio seria possível então afirmar que, de maneira genérica, bons amortecedores não são bons materiais estruturais. Para se obter as melhores relações entre resistência mecânica e amortecimento é que o desenvolvimento de materiais metálicos com alta capacidade de amortecimento se torna relevante.

### 3.2. AMORTECIMENTO DE VIBRAÇÕES EM MATERIAIS METÁLICOS

Conforme resumido por Blanter et al. (2007), a dissipação de energia mecânica no interior de um material metálico está ligada basicamente à movimentação de defeitos microestruturais e à relaxação termoelástica. Ritchie et al. (1987) separou os mecanismos microestruturais de amortecimento em dois grupos nomeando-os como “histerese dinâmica” e “histerese estática”.

A histerese dinâmica se refere aos fenômenos de relaxação anelástica que são dependentes do tempo e consequentemente da frequência de vibração. Considerando que há certa densidade de defeitos cristalinos em posição de equilíbrio no interior do material, ao se aplicar uma carga externa há uma mudança nas tensões internas do material e os defeitos podem se movimentar para novas posições de equilíbrio. Ao se retirar a carga externa, uma vez que não houve mudanças permanentes na estrutura do material as tensões internas reassumem a configuração pré-carga e os defeitos retornam para as posições de equilíbrio originais.

Quanto maior a frequência de vibração menos tempo os defeitos terão para se movimentar, até o limite onde o material teria uma resposta 100 % rígida, sem atrito interno. E no caso extremo oposto quando a frequência for extremamente baixa o material também terá uma resposta perfeitamente elástica, pois os defeitos terão tempo suficiente para se movimentar com os acréscimos infinitesimais de tensão, ou seja, sem defasagem temporal entre tensão e deformação. Em situações intermediárias os defeitos vão continuamente se locomover em direção às novas posições de equilíbrio depois da aplicação de carga, causando assim a relaxação anelástica (SCHALLER; FANTOZZI; GREMAUD, 2001).

Outro mecanismo de histerese dinâmica é a relaxação termoelástica, que não requer a presença de nenhum defeito cristalino presente assim em qualquer sólido. Puškár (2001) explicou este fenômeno como consequência da ligação fundamental entre o estado mecânico e térmico de um sólido. Isto é, há interação entre campos de temperatura e campos de tensão com o coeficiente de dilatação térmica  $\alpha$  como constante de ligação. Uma consequência dessa interação é a expansão térmica, que é a resposta mecânica à mudança de temperatura aplicada. Analogamente há uma reposta do material em termos de uma (geralmente pequena) alteração de temperatura a partir da aplicação de

uma carga mecânica, o que por sua vez é conhecido como efeito termoeelástico. Quando a tensão aplicada é heterogeneamente distribuída no interior do sólido há também o surgimento de gradientes de temperatura. Esses gradientes de temperatura geram um fluxo irreversível de calor no interior do material, causando assim a dissipação da energia na direção do equilíbrio.

No entanto, é consenso na literatura que estes mecanismos de histerese dinâmica geram um amortecimento pouco representativo para aplicações reais de materiais metálicos. Em contrapartida, os mecanismos de histerese estática representam fontes mais robustas de amortecimento de vibrações. Segundo Ritchie et al. (1987), os fenômenos de histerese estática ocorrem a partir de um valor específico de carga aplicada, quando há energia suficiente para gerar um desprendimento instantâneo de defeitos na matriz. Isto ocorre mesmo que ainda a tensão aplicada esteja abaixo da tensão de escoamento. Uma vez que estes fenômenos dependem apenas da energia de ativação e são instantâneos, eles são dependentes da amplitude e independentes da frequência de vibração.

Igata et al. (2003) ponderaram sobre a definição do que caracteriza um metal como um HDM de fato. Evidentemente, uma série de micromecanismos de amortecimento ocorrem simultaneamente em um material, de forma que virtualmente qualquer metal apresenta um pico de amortecimento. O problema prático reside no fato destes picos de amortecimento serem limitados a certas condições muito específicas de aplicações, podendo ocorrer apenas numa faixa estreita de temperatura e frequência, por exemplo. Para um metal ser considerado um HDM é necessário que ele apresente um mecanismo robusto de amortecimento, capaz de dissipar grande montante de energia mecânica em uma ampla faixa de aplicações.

Partindo dessa definição é possível então classificar os HDMs em função do mecanismo de amortecimento predominante, tal qual proposto por Golovin e Golovin (1990) e discutido por Blanter et al. (2007). Os quatro subgrupos assim definidos são:

- a) **HDMs com martensita termoeelástica:** Este grupo se refere aos metais com memória de forma como Ni-Ti (YOSHIDA; ONO; ASAI, 2000), Cu-Mn (HEDLEY, 1968), Cu-Zn-Al (CERESARA; GIARDA, 1991), In-Tl (DE MORTON, 1969) e Fe-Mn (JEE et al., 1997, 1999). A transformação de fase induzida por tensão causa dissipação de energia vibracional em materiais metálicos porque parte da energia mecânica é “consumida” na transformação da fase cristalina. Pode-se

incluir neste grupo transformações martensíticas, transformações polimórficas e processos de precipitação-dissolução, que dependem fortemente da temperatura e do nível das tensões (RITCHIE; PAN, 1991).

- b) **HDMs com domínios magnéticos móveis:** O maior efeito histerético nestes materiais ocorre quando as fronteiras dos domínios magnéticos se movimentam (muitas vezes de forma irreversível) a partir da aplicação de uma carga externa. Ou seja, parte da energia fornecida ao sistema é utilizada para a movimentação desses domínios ao invés de resultar numa deformação elástica do material (GIRISH; SATISH; MAHESH, 2009). Fazem parte deste grupo materiais ferromagnéticos como Fe, Ni e Co, sendo que as ligas a base de Fe-Cr alcançaram maior sucesso comercial (GIRISH; SATISH; MAHESH, 2009; IGATA et al., 1996).
- c) **HDMs com discordâncias facilmente móveis:** Materiais deste grupo exibem os maiores valores de capacidade específica de amortecimento entre os metais. Os principais desta subclasse são as ligas a base de Mg (DRITS et al., 1970; ROKHLIN; SHEREDIN, 1969; SUGIMOTO et al., 1977), mas outros metais dúcteis como Fe, Al e Cu puros também fazem parte deste grupo. Sua principal vantagem é a baixa densidade e a principal limitação é a baixa tensão de escoamento, já que tanto a resistência ao escoamento quanto o amortecimento estão baseados na movimentação de discordâncias. O modelo de Granato-Lücke é o mais aceito e difundido para descrever pequenas movimentações de discordâncias dentro do regime elástico (GRANATO; LÜCKE, 1956).
- d) **HDMs com estrutura altamente heterogênea:** São basicamente compósitos de matriz metálica onde o principal mecanismo é a deformação microplástica local das partículas de segunda fase mais dúcteis ou na interface entre as fases (SCHALLER, 2003). Neste grupo estão incluídos diversos compósitos artificiais, pseudoligas como Fe-Pb e Al-Zn, metais celulares e os ferros fundidos, o mais difundido dentre todos HDMs (ADAMS, 1972; GOLOVIN, 2012).

Os materiais testados nesta dissertação podem ser tratados como membros deste último grupo já que se tratam de compósitos de matriz metálica com poros e hBN como segunda-fase. A matriz ferrosa por si só combina mecanismos vinculados com discordâncias e domínios magnéticos como principais mecanismos de dissipação de energia vibracional (LIAN; MARLER; LI, 1995).

### **3.2.1. Amortecimento em compósitos de matriz metálica**

O desenvolvimento de materiais compósitos vem de encontro à necessidade de boas propriedades mecânicas para aplicações estruturais coincidirem com caráter amortecedor, já que é possível atribuir a cada fase distinta uma dessas características. Ou seja, pode-se ter um compósito onde a matriz metálica ofereça elevada resistência mecânica e as partículas de segunda fase contribuam para a alta capacidade de dissipação de energia. Assim dissocia-se estas duas propriedades essencialmente conflitantes (LU et al., 2009).

De forma genérica as propriedades de um material compósito dependem das propriedades individuais de seus constituintes (matriz e heterogeneidades), do formato e quantidade das partículas de segunda fase e nas características de interface dessas duas fases (LAKES, 2001).

Na verdade, ainda há dúvidas a respeito da precisa correlação entre a presença de partículas de segunda fase e o amortecimento do material compósito de matriz metálica. Isto é consequência de inúmeros mecanismos estarem simultaneamente envolvidos neste processo de dissipação em materiais heterogêneos. Assim, cada sistema tem uma resposta final distinta proveniente da soma de diferentes mecanismos que podem interagir de diversas formas.

Zhang et al. (1994) estudou e classificou os principais mecanismos de amortecimento envolvendo partículas de segunda fase em matrizes metálicas. Os autores deste estudo separaram os mecanismos entre os intrínsecos da segunda fase, aqueles provenientes de sua interação com a matriz e aqueles vinculados as interfaces entre fases.

Um mecanismo evidente de dissipação na interface entre duas fases de um compósito ocorre quando estas são mal aderidas e pode haver movimento relativo entre elas. Nesse caso há perda de energia mecânica pelo simples atrito entre as duas fases quando a tensão cisalhante concentrada na interface das fases supera a força de atrito estático (ZHANG et al., 1994).

Mesmo quando a segunda fase é bem aderida na matriz, a região que a cerca pode ocasionar novos mecanismos de dissipação de energia



mecânica. O fato da segunda fase atuar como concentradora de tensões e o acúmulo de discordâncias ao seu redor são os principais motivos para o surgimento desses mecanismos de amortecimento. Primeiramente a heterogeneidade da distribuição de tensões no interior do material contribui para o amortecimento. Se maiores valores de tensão forem encontrados em regiões específicas do material isso consequentemente significa que essas mesmas regiões estarão sujeitas a valores suficientemente elevados de energia que possam causar a movimentação de defeitos. Ou seja, mesmo quando valores relativamente baixos de tensão forem aplicados no exterior do material haverá mecanismos de histerese estática em algumas regiões de concentração, que não existiriam se a distribuição de tensões fosse homogênea (ZHANG et al., 1994).

Por este motivo, depois de certo percentual de grafita, a capacidade de amortecimento de ferros fundidos é mais fortemente dependente do formato e tamanho das partículas de grafita do que da quantidade desta fase (ADAMS, 1972). Portanto, os ferros fundidos cinzentos, com grafita alongada, amortecem mais do que os nodulares ou vermiculares que concentram menos tensões (GOLOVIN et al., 1980).

Além da concentração de tensões pode haver também uma maior densidade de discordâncias ao redor da partícula de segunda fase ocasionada por distorções na rede da matriz. Essas distorções podem ser oriundas, por exemplo, da diferença nos coeficientes de dilatação térmica das fases, como no caso de uma segunda fase cerâmica que se retrai menos que a matriz metálica que a cerca e assim gera tensões compressivas na interface. A presença de uma concentração elevada de discordâncias nestas regiões pode dar origem a uma série de mecanismos de dissipação de energia relacionados à movimentação desses defeitos lineares sob ação de carregamento cíclico e sua interação com outros constituintes microestruturais (GU; ZHANG; GU, 2004).

Somada a todas estas fontes de atrito interno relacionadas à presença de uma segunda fase e de sua interação com a matriz, há ainda uma parcela de amortecimento intrínseca a própria segunda fase. Uma vez que a segunda fase possua uma elevada capacidade de amortecimento de vibrações sua presença beneficiará o amortecimento do compósito como um todo de acordo com a lei das misturas. Isto é, proporcional ao percentual de segunda fase presente. Essa afirmação supõe que parte da energia mecânica é transmitida à partícula de segunda fase e dissipada em seu interior (ZHANG et al., 1994).

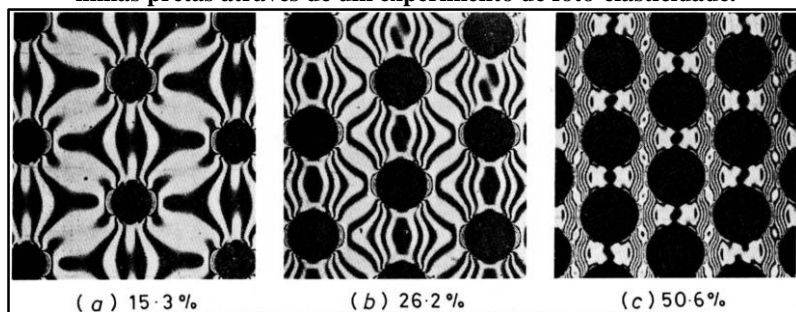
Um exemplo de segunda fase em compósitos de matriz metálica são os lubrificantes sólidos, como a grafita dos ferros fundidos e o hBN utilizado neste estudo. O amortecimento destes sólidos de estrutura

lamelar também se origina predominantemente em mecanismos de amortecimento dependentes da amplitude. A principal explicação microestrutural para a capacidade de amortecimento destes materiais é o cisalhamento microplástico entre as lamelas fracamente ligadas (GOLOVIN, 2012; KARDASHEV et al., 2001).

### 3.2.2. Amortecimento em metais sinterizados

A metalurgia do pó é reconhecida há décadas como uma técnica de fabricação capaz de gerar HDMs com coeficientes de amortecimento elevados, especialmente por conta da porosidade (LIAN; MARLER; LI, 1995). O efeito benéfico da porosidade é a concentração de tensões na matriz adjacente, ou seja, poros proporcionam mais energia mecânica para ativação de mecanismos ao seu redor. Por exemplo, uma liga Fe-Cr sinterizada com 20 % de poros apresentou uma capacidade de amortecimento três vezes maior que a mesma liga fundida e forjada (SUZUKI; FIJITA; HASEBE, 1977). A Figura 5 mostra a concentração de tensões ao redor dos poros de forma visual.

**Figura 5: Concentração de tensões ao redor de poros esféricos geometricamente distribuídos. Regiões de concentração mostradas como linhas pretas através de um experimento de foto-elasticidade.**



Fonte: adaptado de Nishida (1967).

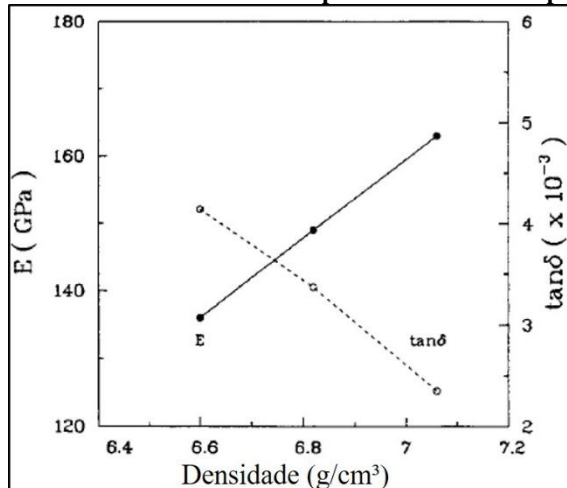
Em casos extremos, em elevadas amplitudes de vibração, esta concentração de tensão pode levar a deformações microplásticas e até mesmo à nucleação e crescimento de trincas. Ou seja, a concentração de tensões pode levar a acumulo de dano e fadiga. Isto já foi observado experimentalmente em ligas a base de Al, Zn, Ti e em aços porosos. Além de poder levar a falha prematura, esse fenômeno faz com que o

amortecimento tenha uma parcela dependente do tempo (GOLOVIN et al., 2004a, 2004b).

O efeito da porosidade na capacidade de amortecimento de ferro puro e aços sinterizados é abordada em outros estudos. No entanto, eles não abordam o amortecimento dependente da amplitude (AROCKIASAMY; PARK; GERMAN, 2010; MARTIROSYAN, 1985). Nestes estudos verifica-se a influência da temperatura e da frequência. No trabalho de Martirosyan (1985) é verificado que o máximo amortecimento (proveniente de mecanismos de histerese dinâmica) ocorre para frequências abaixo de 250 Hz com porosidades entre 10-15 %.

Outra situação encontrada na literatura é a variação a porosidade através da variação da temperatura de sinterização, tamanho de partículas e pressão de compactação (LIAN; MARLER; LI, 1995). No caso deste último estudo a influência direta da densidade no amortecimento pode ser fruto de outras alterações na microestrutura, como tamanho de grão e a própria formação de contatos entre as partículas. Além disso, mesmo quando varia-se apenas a pressão de compactação, o autor registra o valor de amortecimento de pico, com diferentes pré-cargas ao invés das curvas dependentes da amplitude. A Figura 6 apresenta a influência da densidade na rigidez ( $E$ ) e no amortecimento ( $\tan\delta$ ) do ferro sinterizado medidos neste estudo.

**Figura 6: Variação do módulo elástico e amortecimento em função da densidade do ferro sinterizado compactado a diferentes pressões.**



Fonte: Adaptado de Lian; Marler e Li (1995).

Além deste efeito da porosidade, materiais sinterizados são interessantes para a aplicação em controle de vibrações por conta da possibilidade intrínseca ao processo de acurado design microestrutural. Por conta disso HDMs de todas as quatro categorias já foram estudados através da rota de sinterização, tal qual: Cu-Al-Ni (BARRADO et al., 2009); ligas de Mg (GU et al., 2005; NISHIYAMA et al., 2003); Ni-Ti (ZHANG et al., 2013); Fe-Cr (SUZUKI; FIJITA; HASEBE, 1977); entre outros.

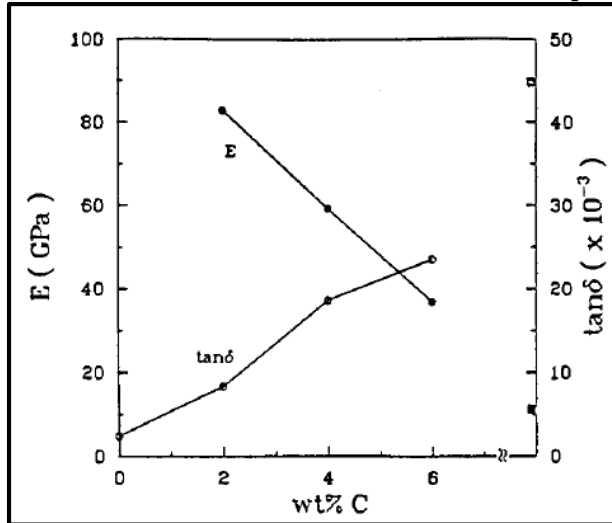
Dois estudos mais recentes realizados por Sueyoshi et al. (2001 e 2003) visaram investigar a capacidade de amortecimento de aços sinterizados com partículas dispersas de grafite e hBN, respectivamente. Nesse caso ambos compósitos são desenvolvidos para compor apenas o núcleo de ferro-grafite ou ferro-hBN. Os pós de ferro e dos lubrificantes sólidos foram inseridos dentro de um tubo de aço-carbono e laminados a quente. Assim o material final era formado de camadas distintas, numa configuração de “sanduiche”, com as camadas externas de aço e a interna de compósito Fe-hBN sinterizado.

No primeiro estudo foi verificado que o aumento do teor de grafite causava diminuição do tamanho médio de grão da ferrita e assim diminuía a capacidade de amortecimento devido à restrição da movimentação dos domínios magnéticos. Em contrapartida há o aumento do amortecimento devido ao atrito interno causado pela deformação da grafita, de forma que o máximo de amortecimento é alcançado para 5 %wt. de grafita (SUEYOSHI; TAGAMI; ROCHMAN, 2001). No segundo caso foi verificado comportamento similar com a adição de hBN, sendo que o pico de amortecimento foi identificado para uma quantidade de hBN igual a 4 %wt, sem prejudicar a resistência mecânica do material de forma significativa (SUEYOSHI; ROCHMAN; KAWANO, 2003).

No entanto, no estudo de Lian, Marler e Li (1995) não há é identificado um máximo teor de grafite após o qual o amortecimento é reduzido. Neste estudo, compósitos de ferro-grafite são produzidos via compactação uniaxial com 500 MPa de pressão e sinterizados a 800 °C por 1 hora. Para menores teores de grafite, o autor atribui o amortecimento do compósito como uma combinação linear entre o amortecimento do grafite e do ferro (regra das misturas). Para maiores teores de grafite o aumento do amortecimento pode também ser atribuído ao atrito entre as partículas de ferro que ficam mais fracamente ligadas. Isto, por sua vez, ocorre por conta da influência deletéria do grafite na sinterização por dificultar formação de contato entre as partículas de ferro. A Figura 7

apresenta a influência do teor de grafite na rigidez ( $E$ ) e no amortecimento ( $\tan\delta$ ) do ferro sinterizado medidos neste estudo.

**Figura 7: Variação do módulo elástico e amortecimento em função do teor de grafite adicionado do ferro sinterizado a diferentes temperaturas.**



Fonte: Adaptado de Lian; Marler e Li (1995).

Não foi encontrado na literatura outro estudo, além do material multicamada de Sueyoshi, Rochman e Kawano (2003), que aborde a influência da adição de hBN no amortecimento de compósitos sinterizados de matriz ferrosa.

### 3.3. CARACTERIZAÇÃO DO AMORTECIMENTO INTERNO

Há uma ampla variedade de ensaios disponíveis para avaliar a capacidade de dissipação de energia mecânica pelo material quando este é exposto a carregamento dinâmico. Didaticamente pode-se separar os métodos de caracterização de amortecimento interno em três grandes grupos: testes quase-estáticos, sub-ressonantes e ressonantes (BLANTER et al., 2007).

Os quase-estáticos podem ser executados em máquinas de ensaios universais com tensão constante para identificar a relaxação resultante. É possível medir como fluência (deformação dependente do tempo) ou como queda da força aplicada em caso de se manter a deformação constante. Ou pode-se aplicar carregamentos cíclicos de baixa frequência

identificar a defasagem da deformação. (SCHALLER; FANTOZZI; GREMAUD, 2001).

Os experimentos sub-ressonantes são caracterizados pelo comprimento de onda de vibração ser menor que o comprimento da amostra e pelo fato de só a amostra ser excitada (sem inércia externa). Adicionalmente, como o próprio nome sugere, as frequências são inferiores à de ressonância do sistema. Os testes ressonantes por sua vez operam na frequência de ressonância da mostra, seja por conta do comprimento de onda ser próximo ao comprimento da amostra seja pela inclusão de corpos de inercia externos (BLANTER et al., 2007).

De forma prática, pode-se, por exemplo, excitar um corpo de prova em uma frequência natural e depois de cessado o estímulo externo mensura-se a diminuição gradual da amplitude de vibração livre (decaimento logarítmico -  $\delta$ ). Outra abordagem é medir a energia necessária para manter a amplitude de vibração constante, ou seja, para compensar a energia mecânica dissipada pelo material a cada ciclo ( $\Delta W$ ) e assim obter diretamente a capacidade específica de amortecimento ( $\Psi$ ) do material. Uma terceira forma de calcular seria vibrar a amostra ao longo de uma ampla faixa de frequências com uma amplitude de carga constante e assim gerar uma curva de amplitude de deformação em função da frequência. Assim se gera a curva em formato de sino (Figura 2) para então poder determinar o inverso do fator de qualidade ( $Q^{-1}$ ) (RITCHIE et al., 1987).

Ou seja, não importa qual parâmetro é levantado, o amortecimento interno é sempre obtido pela razão de uma quantidade qualquer proporcional à energia dissipada e uma quantidade proporcional à energia armazenada elasticamente (AUDENINO; CALDERALE, 1996). Mas essas quantidades mensuradas na verdade representam o amortecimento do corpo de prova, sendo uma resposta de sua geometria específica e das condições de carregamento. Para obter valores relativos a capacidade intrínseca do material independentes de geometria ou parâmetro do teste é preciso identificar a distribuição de tensões e deformações ao longo do corpo de prova. Há uma vasta teoria que aborda essa problemática sob o ponto de vista da mecânica dos sólidos, de forma que diversas configurações de carregamento mecânico estão disponíveis para obter a capacidade intrínseca de amortecimento do material (RITCHIE et al., 1987).

Materiais com baixa capacidade de amortecimento são obviamente mais difíceis de serem caracterizados. Em casos extremos, o amortecimento do equipamento passa a ser maior que o do corpo de prova. Em outras palavras, em casos limites está se medindo a energia

mecânica dissipada pelos sistemas de fixação ou excitação da amostra ao invés do amortecimento intrínseco do material analisado. Por esse motivo se faz necessária seleção de uma técnica com a precisão suficientemente alta. Complementarmente, para efeitos de calibração, é necessário o conhecimento do total de energia perdido no sistema e assim subtrair este valor da leitura final (AUDENINO; CALDERALE, 1996).

Diversos parâmetros externos podem ser variados durante o ensaio para avaliar corretamente o desempenho do material em diferentes condições de aplicação. De maneira geral, é importante avaliar se o material tem predominantemente mecanismos de histerese dinâmica ou estática. No caso de HDMs é importante caracterizar a capacidade de amortecimento em função da amplitude de deformação. Além disso, pode ser relevante para aplicação do material caracterizar seu comportamento em função da temperatura, pré-cargas estáticas, campos magnéticos, entre outros (VANWALLEGHEM et al., 2012).

Por conta dessa ampla variedade de técnicas disponíveis é que há várias inconsistências nos valores de amortecimento computados na literatura. Estas discrepâncias foram identificadas já na década de 70 e são atribuídas à variação do total de energia perdido no próprio aparelho de medição ou a diferenças na distribuição de tensões no material, por conta de diferentes formatos de corpos de prova ou diferentes excitações do material (VANWALLEGHEM et al., 2012).

No caso da medição de materiais poliméricos, seu comportamento viscoelástico é caracterizado em vasta maioria em equipamentos de DMA, do inglês *dynamic mechanical analyser*. Neste equipamento uma carga dinâmica (tipicamente senoidal) é aplicada ao corpo de prova de geometria conhecida. O equipamento mede a reação do material a esta carga em termos de deformação. A partir destes sinais de tensão e deformação é possível calcular a viscosidade (defasagem das curvas) e a rigidez do material (MENARD, 2008).

Os equipamentos de DMA fornecem uma vasta variedade de configurações de fixação e carregamento das amostras. Pode-se gerar esforços trativos, compressivos, fletores ou torcionais em amostras de diferentes dimensões, que podem estar apoiadas ou engastadas de diversas formas. Configurações com câmaras especiais permitem também variação de temperatura e atmosfera, especialmente importantes para polímeros que são mais sensíveis a tais fatores externos (MENARD, 2008).

O DMA tem também a vantagem de permitir a variação da amplitude, temperatura, frequência e pré-carga estática numa mesma configuração. Os modelos mais recentes permitem medições de

amortecimento com uma resolução na ordem de  $10^{-5}$ . Este valor permite identificar variações em materiais com pequena capacidade de amortecimento, como materiais metálicos a uma baixa amplitude de vibração.

Um dos principais fatores limitantes no emprego do DMA para caracterização de materiais metálicos é o uso de células de cargas com limites de cargas muito baixos (por volta de 20 N). Com esse limite de força é difícil gerar uma amplitude de deformação representativa em corpos de prova metálicos, cuja espessura mínima pode ser limitada pelo processo de fabricação.

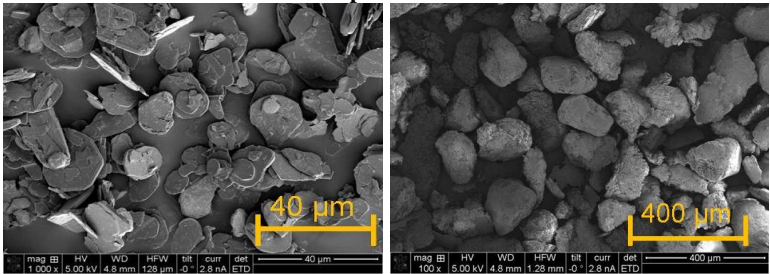


4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

4.1. MATÉRIAS PRIMAS E MISTURAS

A matéria prima utilizada para a matriz ferrosa das amostras foi o pó de ferro puro AHC 100.29 atomizado em água pela Höganäs do Brasil Ltda. O pó de Nitreto de Boro hexagonal (hBN) selecionado foi o AC-6028 fabricado pela *GE Advanced Ceramics*, que é fornecido na forma de pó granulado. Estes grânulos são formados por cristais menores hBN com formato de plaquetas que possuem tamanho médio de aproximadamente 10 µm, enquanto os grânulos possuem um tamanho médio de 125 µm e dimensão máxima próxima a 300 µm. A Figura 8 mostra imagens obtidas em Microscópio eletrônico de varredura (MEV) das partículas originais e do aglomerado de hBN.

**Figura 8: Partículas de cristais de hBN (à esquerda) e aglomerados destes cristais (à direita), imagens obtidas com 1000 e 100X de aumento em microscópio eletrônico de varredura.**



Fonte: <http://www.momentive.com/Products/Main.aspx?id=22818>

Estas matérias primas utilizadas para a produção das amostras estudadas nesse trabalho estão descritas resumidamente no Quadro 1

**Quadro 1: Matérias primas utilizadas**

Material	Fabricante	Designação comercial	Tamanho médio de partícula (µm)
Ferro	Höganäs	AHC 100.29	100 (d50)
hBN	GE Advanced Ceramics	AC-6028	125 (médio)

Fonte: Autoria própria

A partir desses pós foram produzidas diferentes misturas de acordo com as proporções descritas no Quadro 2.

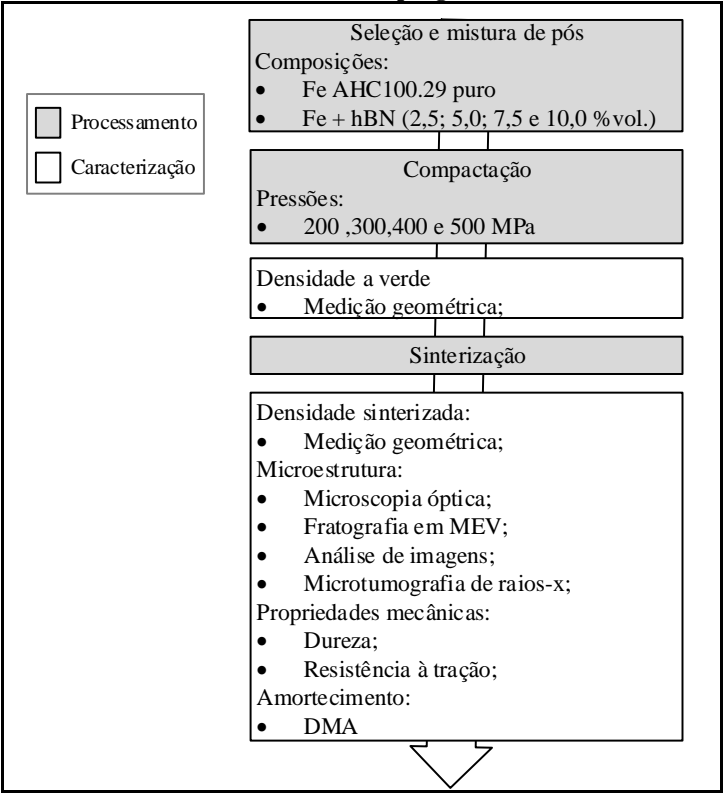
Quadro 2: Composição das misturas

Código da amostra	Fe	hBN ( %vol.)
F2 a F5	100 %	-
H2	Balanço	2,5
H5	Balanço	5,0
H7	Balanço	7,5
H10	Balanço	10,0

Fonte: Autoria própria

Um fluxograma esquemático das técnicas de processamento e caracterização empregadas neste estudo é apresentado na Figura 9.

Figura 9: Fluxograma das técnicas de processamento e caracterização de materiais empregados.



Fonte: Autoria própria

#### 4.1.1. Preparação das misturas de pós

A mistura dos pós foi realizada em um misturador tubular de aço inoxidável em forma de Y, cujo eixo de rotação passa pela união dos segmentos. Foram feitos lotes de 500g utilizando um tempo de mistura de 60 minutos e a rotação aproximada de 35 RPM.

Em todas as misturas foi adicionado 0,8 % em peso de amida graxa com função de lubrificante durante a compactação, isto é, redução do atrito das partículas de pó entre si e entre o pó e a matriz.

Na mistura de ferro puro com amida foi utilizado 10 % em peso de esferas de aço para intensificar a homogeneização. Nas misturas contendo pó de hBN não se utilizou esferas no intuito de evitar o cisalhamento excessivo das partículas deste material durante a mistura.

#### 4.1.2. Compactação das misturas

As misturas de pós foram moldadas em diferentes geometrias de corpos de prova através da técnica de compactação uniaxial a frio (temperatura ambiente) em matriz flutuante (compactação de duplo efeito).

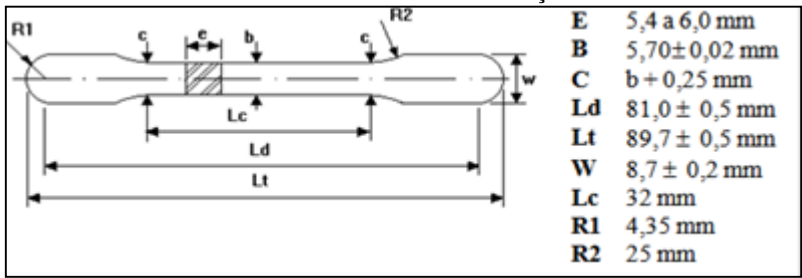
Amostras cilíndricas com 10 mm de diâmetro e aproximadamente 6 mm de altura utilizadas para determinação de densidade geométrica foram compactadas em uma prensa manual com uma célula de carga acoplada ao punção superior. As outras geometrias foram produzidas em uma prensa hidráulica semiautomática.

Cilindros com 20 mm de diâmetro e aproximadamente 6 mm de altura foram produzidos para posterior preparação metalográfica e obtenção de micrografias em microscópio óptico. Esses corpos de prova também foram utilizados para análise de superfície de fratura e para ensaios de dureza Brinell.

Para medição do amortecimento interno em análise mecânico-dinâmica (DMA) foram produzidos corpos paralelepípedicos com 55 mm de comprimento, 10 mm de largura e aproximadamente 6 mm de altura. Esta geometria é padrão para ensaios de impacto Charpy segundo norma MPIF 40. Porém, por falta de precisão geométrica dos equipamentos e ferramental disponíveis foi necessária uma operação de usinagem descrita na seção 4.1.4.

Os corpos de prova para ensaio de tração foram compactados com dimensões e tolerâncias de acordo com as normas MPIF 10, ISO2740 ou ASTM E8. A geometria e as dimensões destes corpos de prova tipo “cotonete”, são mostradas na Figura 10.

Figura 10: Geometria e dimensões dos corpos de prova tipo “cotonete” utilizado nos ensaios de tração.



Fonte: (MPIF, 1998)

As amostras de Fe-hBN (H2, H5, H7 e H10) foram compactadas a 500 MPa. As amostras de ferro puro (F2, F3, F4, F5 e F6) foram compactadas a 200, 300, 400 e 500 MPa, de forma que o número em sua nomenclatura corresponde ao algarismo da centena da pressão utilizada em MPa. Desta maneira, as variações de composição e pressão de compactação das oito condições estudadas estão descritas no **Erro! Fonte de referência não encontrada.**

Quadro 3: Especificação dos oito materiais estudados.

Código da amostra	Composição	Pressão de compactação (MPa)
F2	Fe Puro	200
F3	Fe Puro	300
F4	Fe Puro	400
F5	Fe Puro	500
H2	Fe + 2,5 %vol. hBN	500
H5	Fe + 5,0 %vol. hBN	500
H7	Fe + 7,5 %vol. hBN	500
H10	Fe + 10,0 %vol. hBN	500

Fonte: Autoria própria

4.1.3. Sinterização

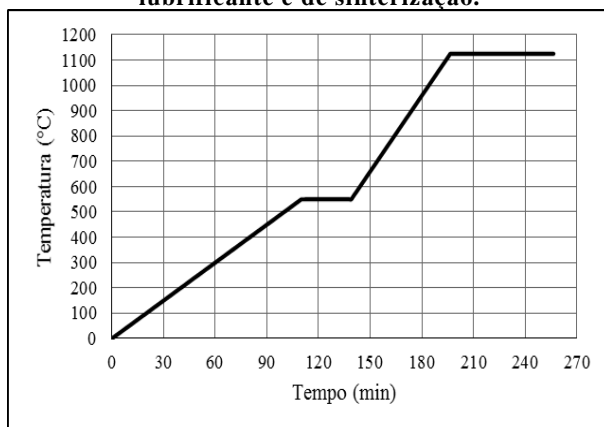
O tratamento térmico de sinterização foi realizado em forno tubular com 3 zonas de aquecimento resistivo e atmosfera controlada (*Forno Fortelab - FT 1300/H 3 zonas*). As amostras foram posicionadas sobre placas de alumina dentro de um suporte de aço inox, que por sua

vez foi posicionado no centro do tubo para evitar gradientes térmicos. A temperatura do ciclo foi monitorada com termopar tipo K, posicionado em um poço térmico suspenso acima do suporte contendo as amostras.

Foi utilizada uma atmosfera levemente redutora composta de 95 % de argônio e 5 % de hidrogênio, aplicando-se um fluxo de, aproximadamente, 0,4 litros por minuto ( $6,67 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}$ ). Para reduzir a concentração inicial de oxigênio no interior do tubo foi realizada uma purga, preenchendo-se três vezes o tubo com argônio e em seguida evacuando-o.

O ciclo térmico iniciou-se com taxa de aquecimento de 5 °C por minuto até 550 °C, mantendo-se esta temperatura por 30 minutos para a extração do lubrificante orgânico. Ao fim deste patamar adotou-se uma taxa de aquecimento de 10 °C por minuto até a temperatura de sinterização, 1125 °C, que foi mantida por 60 minutos. Após o patamar de sinterização as peças foram resfriadas ao forno. Este ciclo térmico está demonstrado graficamente na Figura 11.

**Figura 11: Ciclo térmico utilizado contendo patamar de extração de lubrificante e de sinterização.**



Fonte: Autoria própria

#### 4.1.4. Adequação dimensional

Originalmente, a variação da espessura das amostras padrão para ensaios Charpy (utilizadas nos ensaios de determinação da capacidade de amortecimento em DMA) era de aproximadamente 0,5 mm entre pontas. Isto ocorreu por conta de limitações no ferramental e prensa utilizada durante a compactação. Essa variação dimensional se mostrou proibitiva

pois levou a uma alta dispersão dos resultados obtidos nos ensaios de amortecimento, dependente da distribuição de tensões ao longo do corpo de prova.

Consequentemente, para melhorar a repetibilidade dos ensaios em DMA as amostras tiveram que ser usinadas após a sinterização. A técnica de usinagem selecionada foi a eletroerosão a fio, por aliar elevada precisão com uma pequena influência na microestrutura do material. Nesta técnica não há deformação do material e apenas uma zona termicamente afetada desprezível se utilizados parâmetros brandos, de passe de acabamento. Esta premissa foi confirmada com análise da microestrutura da seção transversal do corpo de prova que não apresentou nenhum indicio de formação de zona termicamente afetada ou outra diferença relevante a propriedade volumétrica alvo, o amortecimento.

Três corpos de prova com 1,66 de espessura foram cortados a partir de amostras sinterizadas com  $6,00 \pm 0,50$  mm de espessura com variação de espessura entre amostras de no máximo 0,04 mm. A variação de espessura entre pontas de um mesmo corpo de prova finalizado ficou na ordem de 5  $\mu\text{m}$ , duas ordens de grandeza abaixo da variação original.

## 4.2. PROCESSOS DE CARACTERIZAÇÃO

### 4.2.1. Determinação da densidade

A densidade dos materiais produzidos foi medida após a compactação (densidade a verde) e depois de sinterizados através do método geométrico, onde mede-se volume e massa da amostra. A massa foi mensurada em uma balança de precisão (*Metler Toledo XS205*) com precisão de 0,01 mg. As dimensões foram mensuradas em um micrometro (*Mitutoyo*) com 0,001 mm de resolução, realizando 3 aquisições do diâmetro e da altura de cada amostra cilíndrica. Foram realizadas medições em três corpos de prova para cada um dos materiais avaliados.

### 4.2.2. Caracterização microestrutural

Para a análise microestrutural, as amostras cilíndricas com 25 mm de diâmetro foram cortadas ao meio no sentido da espessura e a seguir embutidas em baquelite e preparadas metalograficamente. As etapas finais da preparação foram padronizadas buscando-se reduzir a variação da modificação da superfície preparada, seja por fechamento ou abertura de poros ou remoção dos depósitos de hBN.

Dessa forma, as amostras de ferro puro embutidas foram atacadas quimicamente em uma solução de Nital 2 % por 90 segundos após o lixamento. A seguir poliu-se a amostra solução de alumina de 1,0  $\mu\text{m}$  de tamanho médio de partícula por 105 segundos. Depois atacou-se novamente a amostra por um minuto para finalmente a polir com solução de alumina 0,3  $\mu\text{m}$  por 105 segundos.

Para amostras de Fe-hBN utilizou-se o mesmo método, porém com os tempos das etapas ligeiramente alterados, pois com o maior percentual de hBN menor intensidade de abertura de poros é necessária.

A validação deste método foi realizada medindo-se a porcentagem de fases com coloração preta via análise de imagens. No caso de ferro puro essa fase preta tem que condizer com o percentual de poros mensurada via densidade geométrica. Já nos compósitos Fe-hBN a fase preta é composta tanto dos poros quanto dos próprios depósitos de hBN. Assim, para esses compósitos o percentual de fase preta medido em análise de imagens foi comparado com o percentual de poros estipulado em densidade geométrica somado ao próprio percentual de hBN adicionado à mistura. Nessa validação visual da preparação metalográfica tolerou-se uma margem de erro de 2 %.

Estas amostras foram analisadas em microscópio óptico (Olympus BX60 e Leica DM4000/DFC450) obtendo-se micrografias com 50 a 1000X de magnificação.

Algumas amostras de Fe-hBN também foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura (Philips XL30), obtendo-se imagens de superfícies preparadas metalograficamente e também de superfícies de fratura.

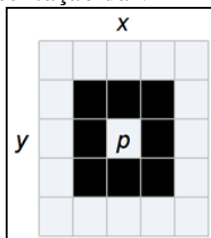
#### 4.2.3. Análise de imagens

Parâmetros morfológicos das discontinuidades, isto é, poros e hBN que possuem coloração negra à luz do óptico, foram determinados via análise de imagem realizada através de um software de fornecido juntamente com o microscópio óptico Olympus (AnalySIS® build 2067).

Para a análise ter representatividade estatística, foram obtidas 30 fotos com 200 X de magnificação por amostra, dez regiões distintas de 3 amostras preparadas metalograficamente. Os resultados apresentados representam a soma de todas as fases negras. Foram desconsideradas as discontinuidades com área inferior à 25 pixels<sup>2</sup> (5,9  $\mu\text{m}^2$  na escala utilizada) devido à sua alta incidência introduzir muito ruído na distribuição probabilística dos parâmetros levantados.

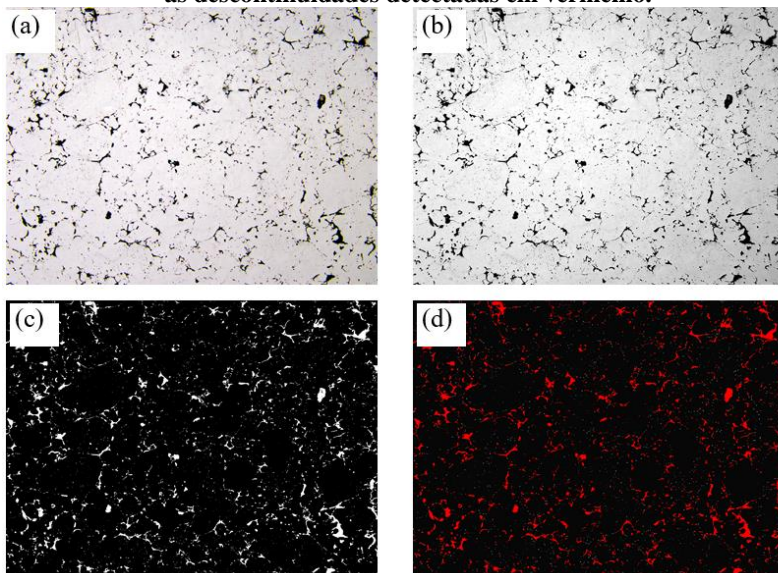
As imagens obtidas foram transformadas em escala de tons de cinza e a diferenciação entre matriz e descontinuidade foi manualmente determinada por limiar (*threshold*) no histograma de incidência de tons de cinza. Em seguida, a imagem foi binarizada e as descontinuidades passaram a ser representadas em branco (imagem negativa). A detecção das partículas foi realizada utilizando a vizinhança-8 (Figura 12) como parâmetro de conectividade. A evolução das imagens ao longo destas etapas está mostrada na Figura 13.

**Figura 12: Representação da vizinhança-8 de um pixel.**



Fonte: Adaptado do manual do software Olympus AnalySis®.

**Figura 13: Micrografias durante diferentes etapas da análise de imagens:**  
(a) foto original, (b) foto em tons de cinza, (c) foto binarizada e (d) foto com as descontinuidades detectadas em vermelho.

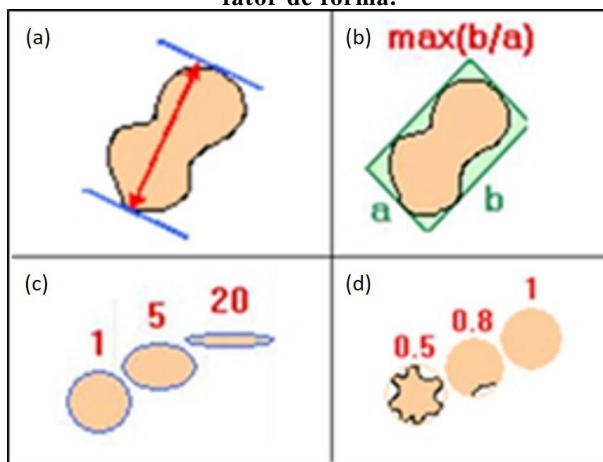


Fonte: Autoria própria.



Primeiramente, mediu-se o percentual e a contagem total de descontinuidades. A seguir, cada descontinuidade foi individualmente analisada e os seguintes parâmetros foram mensurados: área, fator de forma, razão de aspecto, alongamento e diâmetro de Feret (médio, máximo e mínimo). A Figura 14 mostra a definição gráfica desses parâmetros morfológicos.

**Figura 14: Parâmetros morfológicos levantados na análise de imagens**  
(a) diâmetro de Feret, (b) razão de aspecto, (c) alongamento e (d) fator de forma.



Fonte: Adaptado do manual do software Olympus AnalySis®.

A medição do tamanho de grãos foi realizada de acordo com a norma ASTM E112-96, utilizando o método da contagem do número de interceptos em relação a um gabarito estabelecido pela norma. O aumento do número de tamanho de grão significa que o tamanho real do grão decresce. Para obtenção do valor médio foram analisadas 3 imagens com 100X de aumento para 3 corpos de prova de cada material analisado, com os contornos de grão devidamente relevados via ataque químico.

#### 4.2.4. Microtomografia de raios-x

Para caracterização microestrutural das amostras em microtomógrafo amostras cilíndricas de 9,9 mm de diâmetro foram usinadas para reduzir o diâmetro para valores inferiores a 2,5 mm.

O equipamento utilizado foi o *Versa XRM-500* disponível no laboratório LMP da UFSC. Utilizou-se a fonte com voltagem de 30 a 160 kV com potência de 2 a 10 W. O tempo de exposição foi ajustado em 2 segundos, o passo angular em  $0,225^\circ$  e a lente óptica utilizada foi a de 4X.

Para cada amostra foram obtidas entre 900 e 1000 seções 2D no sentido da altura, com tamanho de aproximadamente 950 por 1000 pixels e resolução de aproximadamente 5  $\mu\text{m}$ . A partir destas seções imagens 3D da amostra são construídas através de algoritmos.

#### 4.2.5. Microdureza

O ensaio de microdureza Vickers da matriz das amostras foi realizado em um microdurômetro *LECO AMH 43*, utilizando uma carga de aplicação de 10 g. Os ensaios foram feitos segundo a norma ASTM E-384. Foram realizadas 10 indentações em cada material, em um corpo de prova previamente preparado metalograficamente.

#### 4.2.6. Ensaios de tração

Os ensaios de resistência à tração dos materiais foram realizados em uma máquina universal de ensaios mecânicos (*MTS 810 – TestStar 2s*). Foram ensaiados 5 corpos de prova (com a geometria detalhada na Figura 10) para cada composição. A carga uniaxial foi empregada utilizando uma taxa de deformação de 5 mm/min e o ensaio foi interrompido imediatamente após a fratura da amostra. Um extensômetro (*MTS 632.11c-20*) foi acoplado aos corpos de prova para aferição mais precisa da deformação imposta.

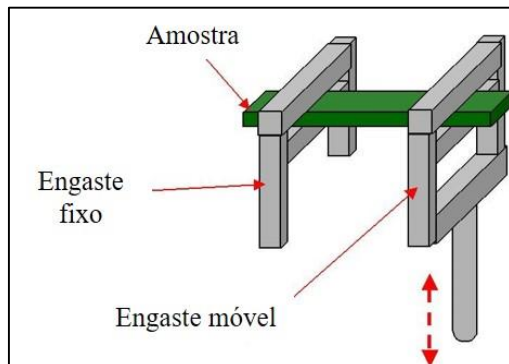
As propriedades avaliadas foram tensão de escoamento, tensão de ruptura e alongamento.

#### 4.2.7. Caracterização do amortecimento

Os ensaios para determinação da capacidade de amortecimento de vibrações foram realizados em um analisador dinâmico-mecânico (DMA) modelo *Q800 - TA Instruments*. Este equipamento tem uma célula de carga com força máxima limitada a 18 N. Portanto, para gerar as amplitudes de deformação desejadas (na ordem de 0,04 %) utilizou-se a configuração de viga engastada (*single cantilever*). Nessa configuração a amostra é fixada em um suporte fixo e outro móvel, de forma que sua oscilação controlada causa a flexão da amostra. Para manter o engaste

constante controlou-se o torque aplicado nos parafusos de fixação das garras em 1Nm. Figura 15

**Figura 15: Representação esquemática da configuração *single cantilever* utilizada no DMA**



Fonte: Adaptado do manual do DMA Q800 – TA Instruments

Os ensaios foram realizados na configuração *strain sweep*, onde a amplitude de vibração (controlada pelo deslocamento da garra móvel) é aumentada em passos de  $1\mu\text{m}$ . Todos os ensaios foram realizados em frequência constante de 1 Hz e a temperatura foi controlada em  $35^\circ\text{C}$ .

O fabricante afirma que o DMA possui uma sensibilidade ao amortecimento (em termos de Tan Delta, adimensional) igual a  $1.10^{-4}$  e uma resolução igual a  $1.10^{-5}$ .

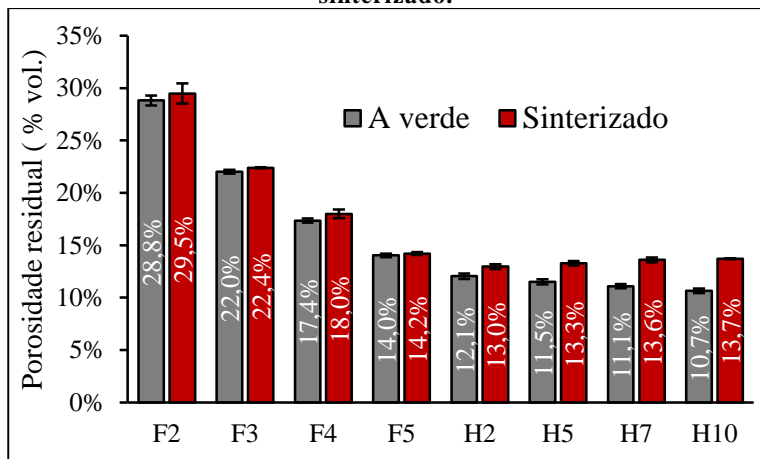


## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

A Figura 16 mostra o percentual de poros residuais calculado a partir das medições de densidade geométrica no estado a verde e sinterizado. Este valor percentual é obtido dividindo-se a densidade medida pela teórica do ferro maciço ou da mistura Fe-hBN pela regra das misturas.

**Figura 16: Percentual de poros residuais nos estados a verde e sinterizado.**



Fonte: Autoria própria.

O aumento na pressão de compactação de 200 (F2) para 500 MPa (F5) levou a maior densificação das amostras de ferro puro, reduzindo a porosidade residual final de 29,5 para 14,2 %. Ou seja, através das diferentes pressões de compactação utilizadas, foi possível gerar amostras de ferro puro com uma variação total de porosidade igual a 15,3 %. O aumento percentual de poros após o tratamento térmico de sinterização é consequência da eliminação dos 0,8 %wt. de amida e evidencia uma densificação inexpressiva.

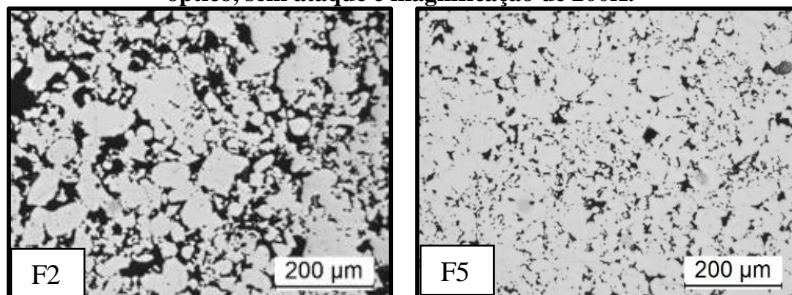
O acréscimo de hBN resultou em uma maior densificação a verde das amostras se comparadas à de ferro puro compactada à mesma pressão (F5). O aumento no percentual de hBN adicionado gera menor porosidade residual a verde devido a maior lubrificação da mistura durante compactação e à baixa resistência ao cisalhamento do lubrificante sólido.

Em contrapartida, um maior percentual de poros é verificado no corpo sinterizado à medida que se aumenta o teor de hBN. De qualquer maneira, o percentual final de poros de todos compósitos Fe-hBN produzidos é muito similar, mantendo-se entre 13,0 e 13,7 %.

Para a avaliação qualitativa das microestruturas geradas obteve-se imagens em microscópio óptico das amostras preparadas metalograficamente. A

Figura 17 mostra as micrografias das amostras de ferro puro compactadas nas pressões mínima e máxima utilizadas nesse estudo (200 e 500 MPa).

**Figura 17: Micrografia das amostras F2 e F5 obtidas em microscópio óptico, sem ataque e magnificação de 200X.**

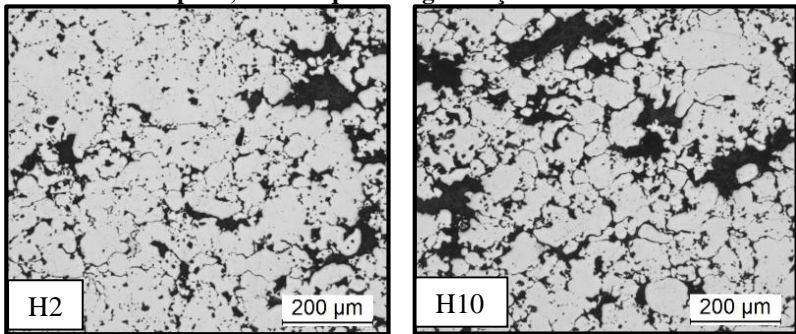


Fonte: Autoria própria.

Nestas micrografias os poros são as regiões pretas na matriz de ferro puro, que aparece branca. Este tipo de porosidade, chamada de primária, é consequência do empacotamento das partículas de pós durante a compactação que ocorre por rearranjo e deformação plástica (THUMMLER; OBERACKER, 1993). Ao comparar estas duas micrografias é possível notar que uma maior pressão de compactação causa, além da já relatada maior densidade, a formação de poros menores e com formato mais regular. Isto ocorre porque maiores pressões geram mais pontos de contato entre as partículas de pó, de forma que o interstício que havia entre elas é dividido em partes menores entre estes contatos. Chawla e Deng (2005) observaram este mesmo fenômeno, porém explicaram-no sob um ponto de vista inverso, afirmando que a redução da pressão de compactação gera uma aglomeração dos poros observados a maiores pressões.

A Figura 18 mostra as micrografias das amostras dos compósitos contendo o máximo e o mínimo percentuais de hBN (2,5 e 10 % vol.).

**Figura 18: Micrografia das amostras H2 e H10 obtidas em microscópio óptico, sem ataque e magnificação de 200X.**



Fonte: Autoria própria.

Nestas imagens fica claro que os depósitos de hBN não podem ser precisamente diferenciados dos poros, já que ambos aparecem como uma fase preta dispersa na matriz ferrosa. No entanto, pode-se distinguir alguns depósitos de hBN por conta de seu formato e tamanho. Ao comparar-se estas imagens da Figura 18 com a amostra de ferro puro compactada a mesma pressão (F5 mostrada na Figura 17) percebe-se a presença de fases negras maiores e com formato mais irregular que podem ser associadas às partículas de hBN. Naturalmente, a amostra H10 apresenta mais depósitos que a amostra H2.

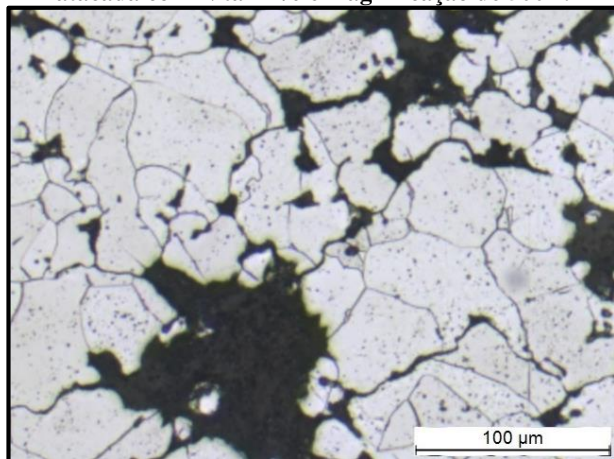
As fases negras associadas aos depósitos de lubrificante sólido no material final são mais alongadas e irregulares que os grânulos originais de hBN misturados, que eram aproximadamente esféricos (Figura 8), devido ao processo de granulação do pó de hBN. Essa mudança de formato evidencia a deformação e diminuição dos aglomerados de lubrificante sólido por cisalhamento durante a mistura dos pós e a compactação. Isto é resultado da baixa resistência ao cisalhamento dos aglomerados de lubrificante sólido e já foi observado em outros trabalhos com compósitos similares (GONÇALVES et al., 2014; SCHROEDER et al., 2010).

Na Figura 18 também é possível observar outra característica microestrutural que pode ser categorizada como consequência desse cisalhamento das partículas de hBN. Regiões negras com o formato alongado similares a fissuras foram identificados por Gonçalves et al. (2014) e por Hammes (2011) como sendo filmes de lubrificante sólido comprimidos entre partículas de ferro. Estes filmes formados entre as partículas restringem o contato entre as partículas de ferro e levam a uma

matriz mais descontínua, comprometendo a densificação dos compósitos como mostrado na Figura 16.

Na Figura 19 é mostrada a micrografia da amostra com 7,0 % vol. de hBN com a microestrutura revelada através de um ataque químico com solução de Nital 2 %.

**Figura 19: Micrografia da amostra H7 obtida em microscópio óptico, atacada com Nital 2 % e magnificação de 500X.**



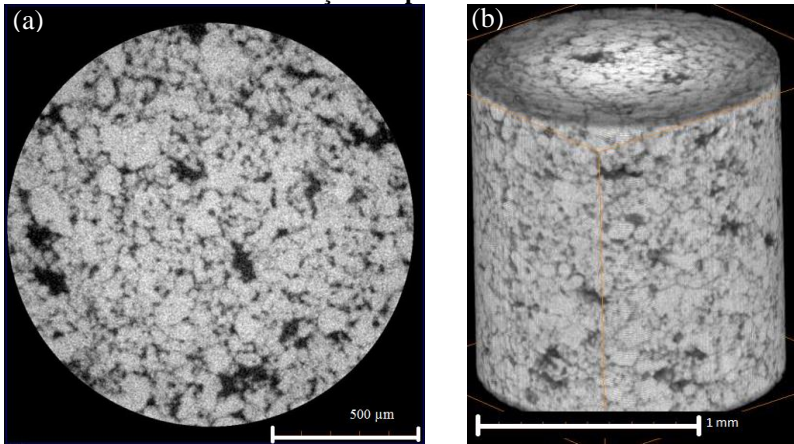
Fonte: Autoria própria.

A microestrutura revelada com o ataque mostra uma matriz de ferro puro virtualmente inalterada com a presença do hBN, sem formação visível de novas fases. Na verdade, estudos anteriores feitos por Mahathanabodee et al. (2013) e por Tao et al. (2004) mostram que o nitreto de boro reage com a matriz ferrosa na temperatura de sinterização utilizada neste estudo, formando compostos como nitretos e boretos. Porém, como o teor destes compostos é diminuto, neste trabalho, focado em propriedades mecânicas, o hBN será tratado como sendo inerte na matriz ferrosa.

Para caracterização quantitativa precisa da microestrutura seria necessário diferenciar os depósitos de hBN dos poros, e ter uma micrografia isenta da influência da preparação metalográfica. Portanto, com este objetivo em mente preparou-se amostras para caracterização microestrutural tridimensional em um microtomógrafo de raios-x. A Figura 20 mostra o resultado obtido por microtomografia de raios-x para a amostra H10.



**Figura 20: Imagens da amostra H10 obtidas através de microtomografia de raios-x. Uma única seção transversal (a) e a reconstrução 3D com 980 seções empilhadas.**

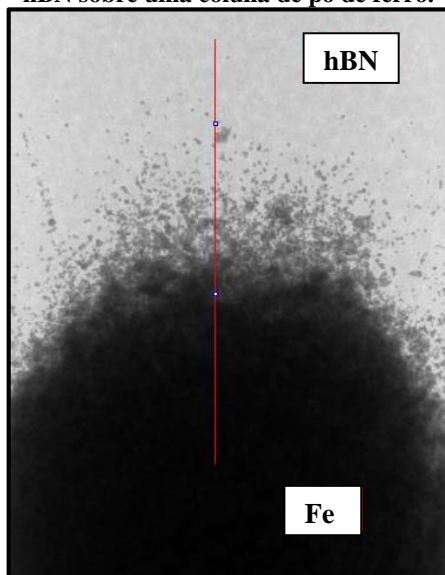


Fonte: Autoria própria.

Novamente apenas duas fases predominantes são observadas, uma com tom de cinza próximo ao preto e outra com tom próximo ao branco. Esta técnica cria imagens a partir da diferente atenuação de feixes de raios-x que atravessam um sólido. Isto é função da absorvidade do material que, por sua vez, é função basicamente de sua densidade (LANDIS; KEANE, 2010). Portanto, esperava-se que fosse possível identificar três fases distintas, devido as diferenças de densidade. Acreditava-se que os feixes de raios-x que atravessassem o ferro (mais denso) teriam a intensidade mais reduzida, de forma que essa fase seria representada com coloração próxima ao branco. Os poros não causariam diminuição da intensidade do feixe de forma que seriam mostrados como fase negra, e o hBN mostraria um tom de cinza intermediário por reduzir menos a intensidade do feixe que o ferro.

Com o intuito de identificar entre quais fases houve falta de contraste decidiu-se analisar no microtomógrafo, com os mesmos parâmetros utilizados na amostra H10, uma amostra contendo hBN e ferro claramente segregados. Para isso preencheu-se um recipiente polimérico cilíndrico (similar a um canudo) com uma coluna de pó de hBN sobre uma coluna de pó de ferro. A Figura 21 mostra a imagem destes pó obtidas no microtomógrafo.

**Figura 21: Imagem obtida em microtomógrafo de uma coluna de pó de hBN sobre uma coluna de pó de ferro.**



Fonte: Autoria própria.

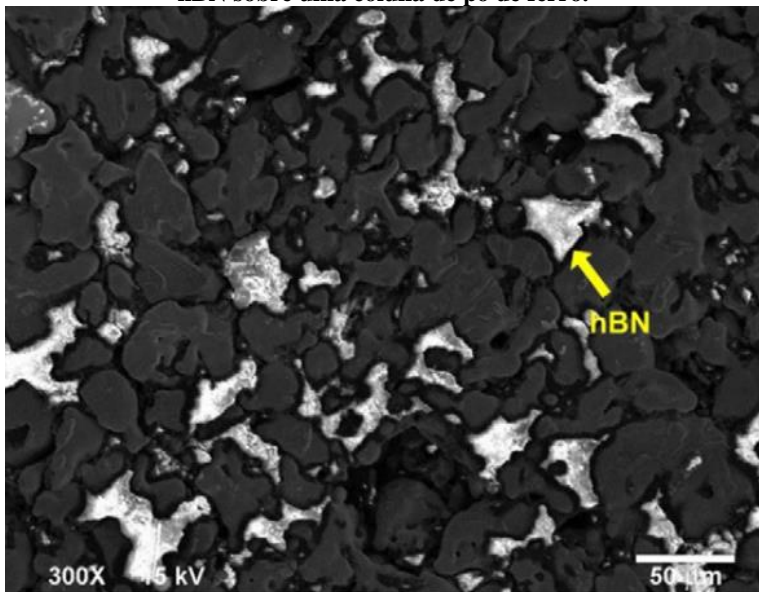
Nesta imagem, de maneira oposta ao mostrado na Figura 20 devido apenas à configuração do equipamento, o pó de ferro aparece negro e o pó de hBN branco. Neste caso fica claro que, além da intensa atenuação dos feixes de raios-x causada pelo ferro, o hBN causa uma atenuação tão diminuta que não é possível identificar as partículas deste pó. Em outras palavras, a energia mínima do feixe de raios-x necessária para ter-se uma contagem detectável após atravessar a amostra ferrosa (150 kV) é muito alta para o hBN. Ou seja, para um feixe de raios-x com esta energia tão elevada o lubrificante sólido de baixa densidade causa uma atenuação imperceptível ao sensor. Portanto, interpreta-se que para as amostras (Figura 20) tanto poros quanto depósitos de hBN aparecem com um tom de cinza próximo ao preto virtualmente iguais.

Diversos trabalhos como os de Engler e Friedman (1990) e de Riedel (2011) tratam da superação destes tipos de limitações da técnica de microtomografia através da técnica de *dual energy*. Com esta técnica seria possível utilizar um feixe de alta intensidade para identificar o ferro e um de intensidade menor para identificar as diferenças de atenuação entre o hBN e os poros. Ao sobrepor as imagens obtidas com ambas energias seria possível obter uma imagem final com contraste entre as três

fases. No entanto, durante o decorrer deste estudo o microtomógrafo utilizado entrou em manutenção e nenhum alternativo que coubesse no escopo de tempo e custo do projeto foi encontrado.

Uma alternativa seria utilizar o microscópio eletrônico de varredura para obter imagens com elétrons secundários onde a diferença de composição das fases gera um forte contraste. Mahathanabodee et al. (2013) mostram em seu estudo imagens com distinção clara entre hBN e sua matriz de aço inox AISI 316, tal qual apresentado na Figura 22.

**Figura 22: Imagem obtida em microtomógrafo de uma coluna de pó de hBN sobre uma coluna de pó de ferro.**



Fonte: Adaptado de Mahathanabodee et al. (2013).

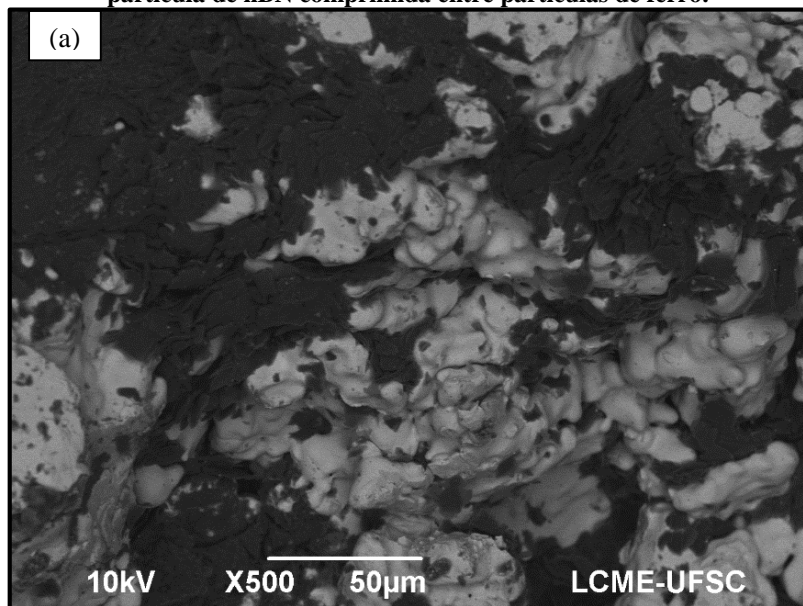
Porém, a preparação metalográfica continuaria comprometendo a confiabilidade de uma avaliação quantitativa das fases, devido ao inevitável, mesmo que parcial, arrancamento e deformação das partículas de hBN (HAMMES, 2011). Por mais que uma preparação metalográfica com polimento mais ameno pudesse minimizar o problema, esta mudança comprometeria a abertura dos poros e depósitos de hBN. Ou seja, novamente inviabilizar-se-ia a análise quantitativa da microestrutura.

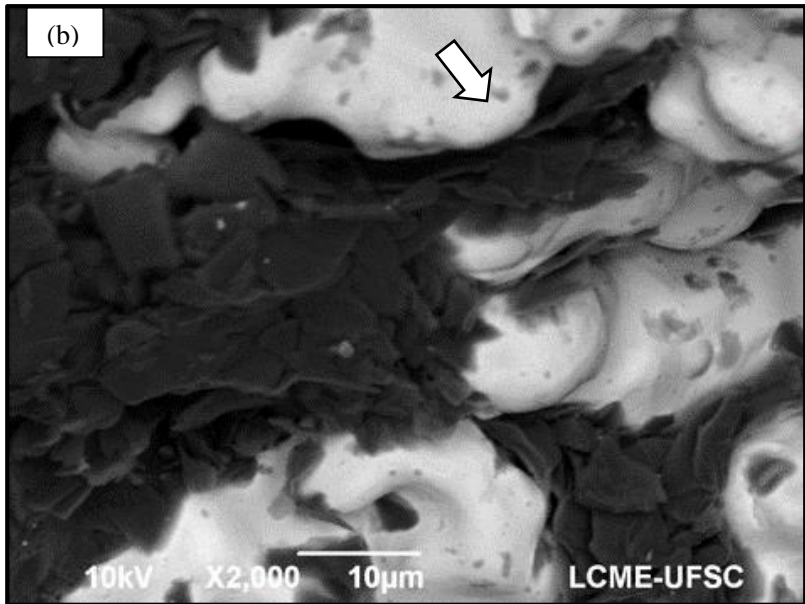
Uma vez que não foi possível a diferenciação do hBN de forma precisa para a realização de análise de imagens, decidiu-se avaliar

qualitativamente a natureza das partículas de hBN dentro da matriz ferrosa. Para isso, analisou-se uma superfície de fratura de um compósito Fe-hBN em um MEV. As fratógrafias obtidas para a amostra H10 são mostradas na Figura 23.

Nessas imagens obtidas em MEV as partículas de hBN aparecem em um tom cinza claro enquanto a matriz ferrosa é mostrada com um tom mais claro. A deformação e quebra dos grânulos de hBN por cisalhamento, já observada na Figura 18, é ainda mais evidente nestas fratógrafias. Os cristais de hBN com formato de placas que formavam o aglomerado original aparecem espalhados ao longo da superfície de fratura. Há indicações claras de partículas de hBN comprimidas entre partículas de ferro impedindo ou restringido a formação de contato entre elas, como apontado pela seta na Figura 23 (b).

**Figura 23: Fratógrafia da amostra H10 obtida em MEV com elétrons secundários com aumento de (a) 500 e (b) 2000X. A seta indica uma partícula de hBN comprimida entre partículas de ferro.**





Fonte: Autoria própria.

Outra característica microestrutural que pode ser inferida a partir de indícios presentes na Figura 23 a e b é a reduzida extensão de interface hBN/matriz ferrosa. Isto pode ser um resultado combinado da baixa tensão de cisalhamento e baixa resistência a de-coesão do hBN, associado ao fato de que ocorre um crescimento volumétrico da amostra durante a etapa de sinterização. Este fato é comprovado pelo aumento da porosidade entre o estado verde (10,7%) e o estado sinterizado (13,7%), conforme pode ser observado nos resultados apresentados na Figura 16. É possível identificar Figura 23 a e b que há uma série de espaços vazios entre as duas fases, de forma que o hBN parece estar apenas em contato mecânico com a matriz em alguns pontos ao longo do volume da amostra. Esta interface descontínua entre as fases é observada em outros trabalhos com compósitos de matriz ferrosa com hBN disperso no volume (MAHATHANABODEE et al., 2013; SUEYOSHI; ROCHMAN; KAWANO, 2003).

Somado a estas descontinuidades entre a matriz e a segunda fase há o fato do hBN ter uma baixa resistência mecânica devido as fracas forças de Van Der Waals que ligam os planos atômicos deste sólido lamelar (HAUBNER et al., 2002).

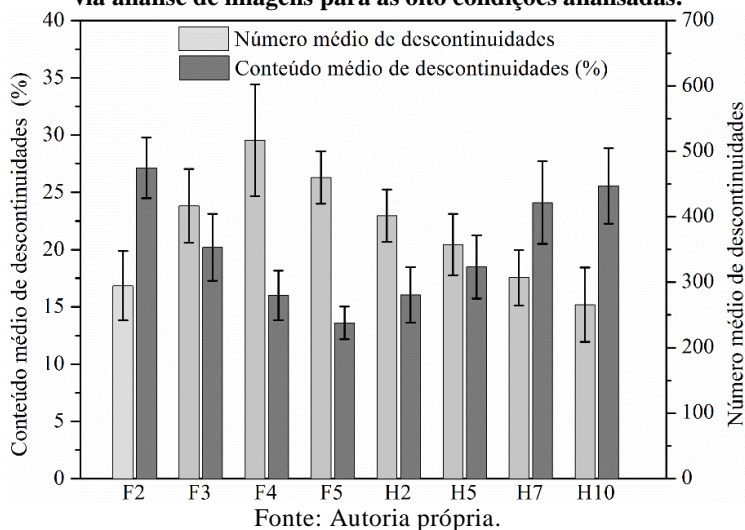
Portanto, por ambos os motivos, do ponto de vista de resistência mecânica os depósitos de hBN e poros podem ser tratados de maneira semelhante, ou seja, como descontinuidades na seção resistente. Consequentemente, uma vez adotada esta premissa, não se torna mais necessário distinguir os depósitos de hBN dos poros durante a caracterização quantitativa da microestrutura. Ou seja, a análise de imagens foi realizada a partir de micrografias obtidas em microscópio óptico (tal qual mostrado na Figura 17 e na Figura 18) considerando toda fase negra como descontinuidade.

No entanto, do ponto de vista de mecanismos de amortecimento é necessário frisar que, apesar de estares fracamente ligadas na matriz, as partículas de hBN naturalmente tem pontos de contato mecânico com a matriz. Isso significa que durante solicitações mecânicas alguma parcela de energia mecânica pode ser transmitida à segunda fase dispersa.

### 5.1.1. Caracterização quantitativa da microestrutura

Tendo caracterizado a microestrutura qualitativamente, parte-se agora para a quantificação da influência dos parâmetros variados na microestrutura final dos materiais. A Figura 24 mostra o percentual e o número médio de descontinuidades detectadas via análise de 30 imagens para cada material testado.

**Figura 24: Número e percentual médio de descontinuidades identificadas via análise de imagens para as oito condições analisadas.**



Primeiramente, fica claro nesse gráfico que o percentual de fase preta (descontinuidades) identificado via análise de imagens está dentro de uma margem de 2 % do valor obtido nas medições de densidade aparente. Estes valores confirmam que a preparação metalográfica gerou micrografias que são representações apenas aproximadas da microestrutura real. Para as amostras de ferro puro a correlação entre o percentual de fase preta e a porosidade medida é direta, variando de 27,13 a 13,60 % com o aumento da pressão de compactação. Já para as amostras com hBN o percentual de descontinuidades representa o percentual de poros somado ao percentual volumétrico de hBN, variando, portanto, entre 16,04 e 25,55 %.

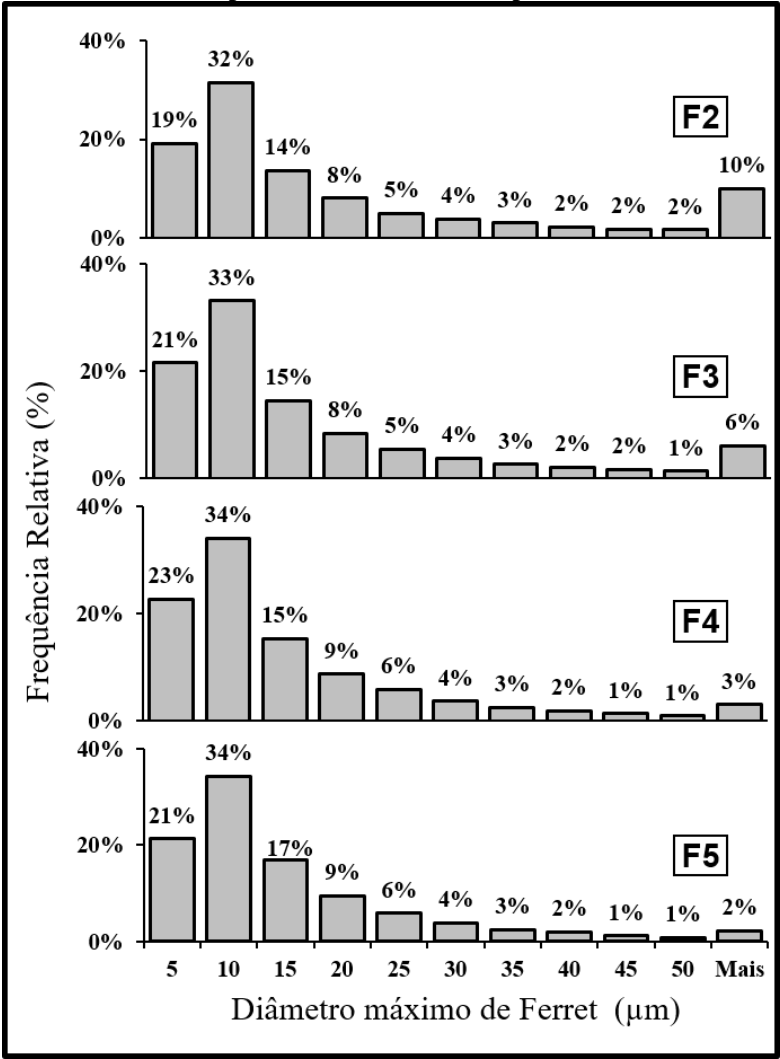
As amostras de ferro puro apresentam uma tendência de redução no número médio de descontinuidades observadas a medida que se reduz a pressão de compactação. A amostra F5 apresenta um número médio de descontinuidades igual a 459 enquanto para a amostra F2 este número médio é igual a 294. Esta redução de 64 % do valor médio juntamente com o aumento do percentual de fase preta indica a aglomeração dos poros primários a medida que se reduz a pressão de compactação (CHAWLA; DENG, 2005).

Analogamente, o aumento do percentual de hBN tem o mesmo efeito que a redução da pressão de compactação: redução do número de descontinuidades aliado ao aumento do percentual volumétrico total de descontinuidades. Ou seja, tal qual observado qualitativamente nas micrografias apresentadas na Figura 18, o aumento do percentual de hBN leva a uma aglomeração dos depósitos de lubrificante e, conseqüentemente, ao aparecimento de descontinuidades maiores.

Para quantificar esta diferença de tamanho das descontinuidades foi medido o diâmetro máximo via análise de imagem. A distribuição estatística do tamanho das descontinuidades em termos de diâmetro máximo de Ferret é apresentada graficamente na Figura 25 e Figura 26 na forma de histogramas.

Adicionalmente, para avaliar as diferenças de formato foram medidos dois parâmetros: fator de forma e razão de aspecto (vide Figura 14 para definição dos parâmetros). Os resultados levantados destes parâmetros também são apresentados na forma de histogramas apresentados nas Figuras 25 a 30.

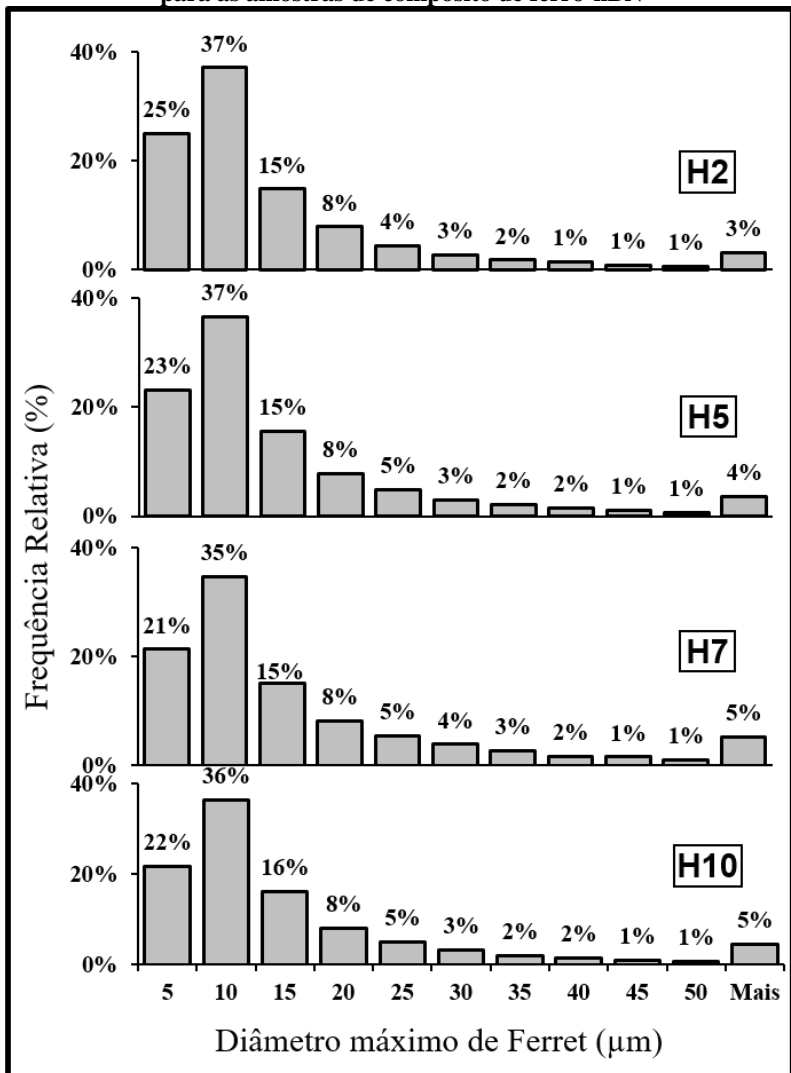
Figura 25: Histogramas da distribuição de tamanho das descontinuidades em termos de diâmetro máximo de Ferret obtidas via análise de imagens para as amostras de ferro puro.



Fonte: Autoria própria

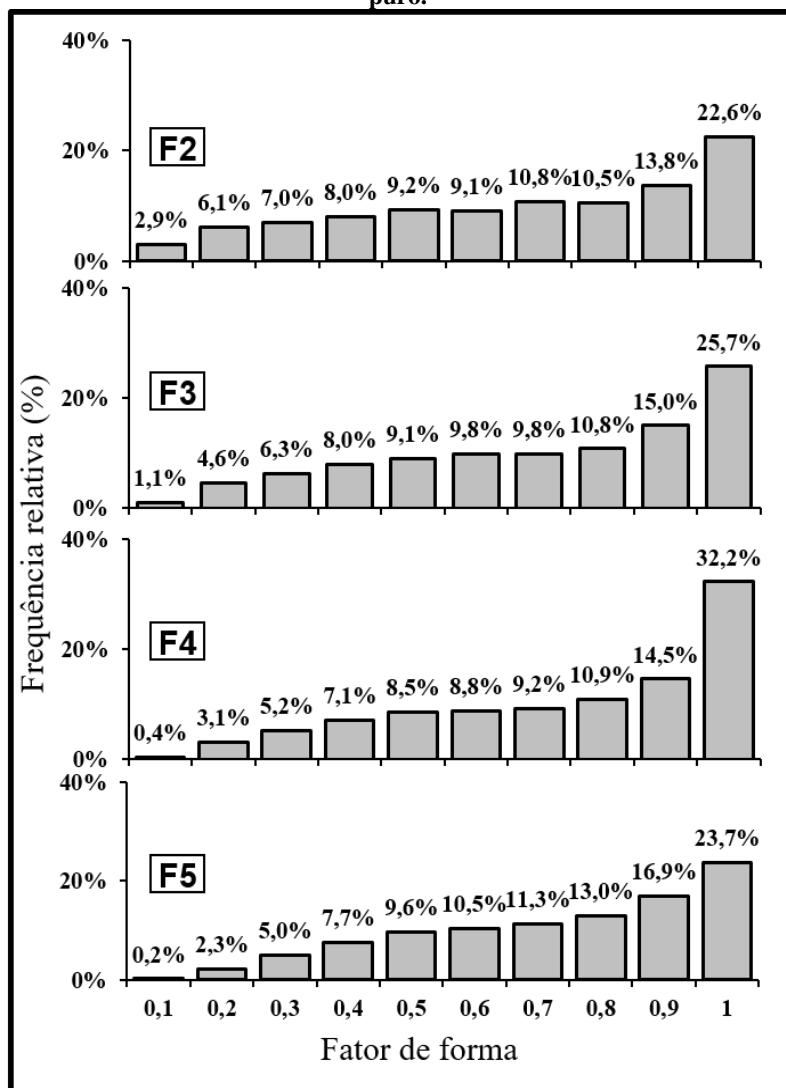


**Figura 26: Histogramas da distribuição de tamanho das descontinuidades em termos de diâmetro máximo de Ferret obtidas via análise de imagens para as amostras de compósito de ferro-hBN**



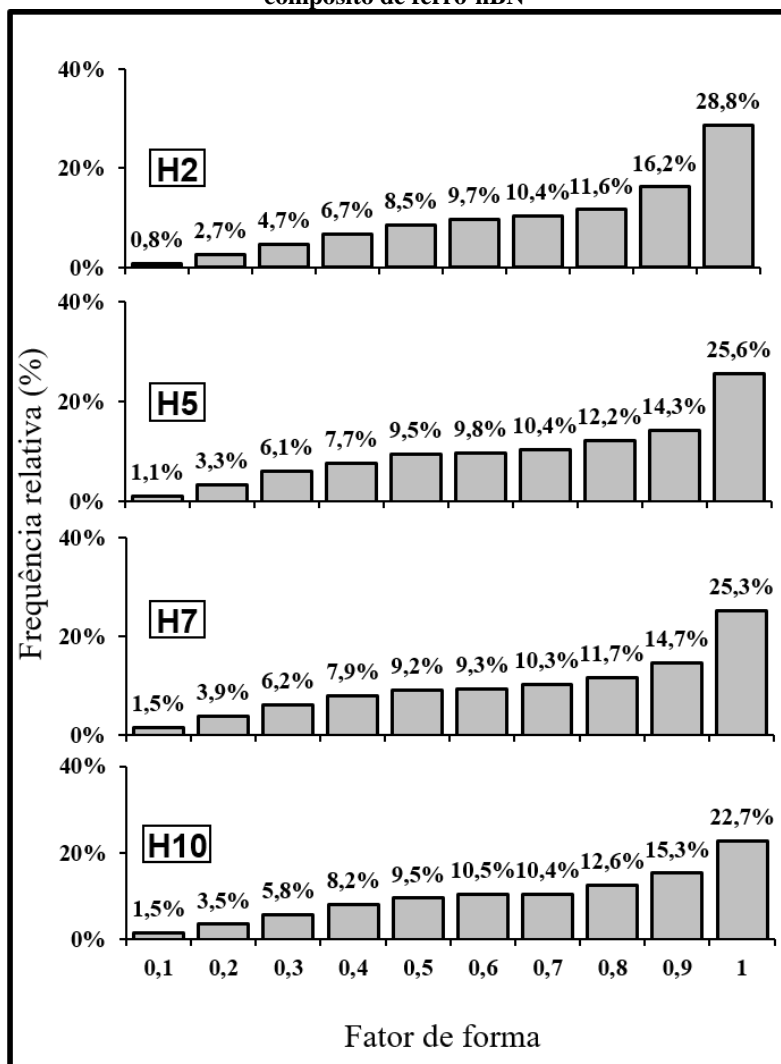
Fonte: Autoria própria

**Figura 27: Histogramas da distribuição do fator de forma das descontinuidades obtidas via análise de imagens para as amostras de ferro puro.**



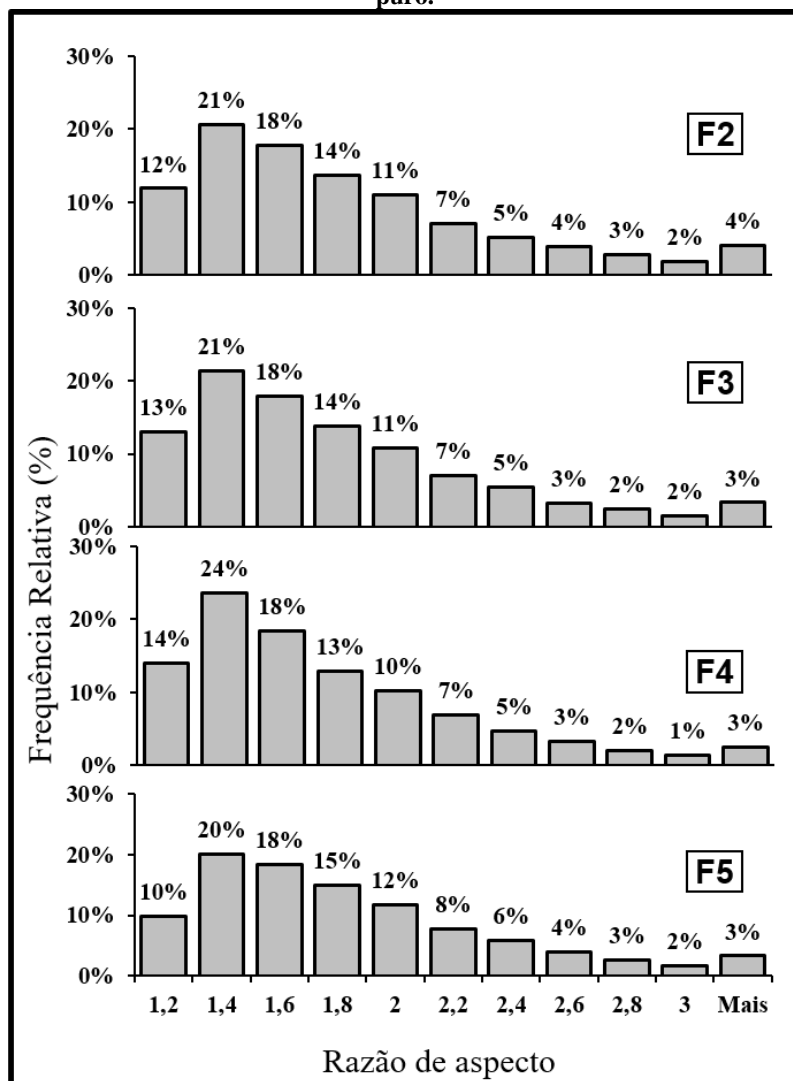
Fonte: Autoria própria

**Figura 28: Histogramas da distribuição do fator de forma das descontinuidades obtidas via análise de imagens para as amostras de compósito de ferro-hBN**



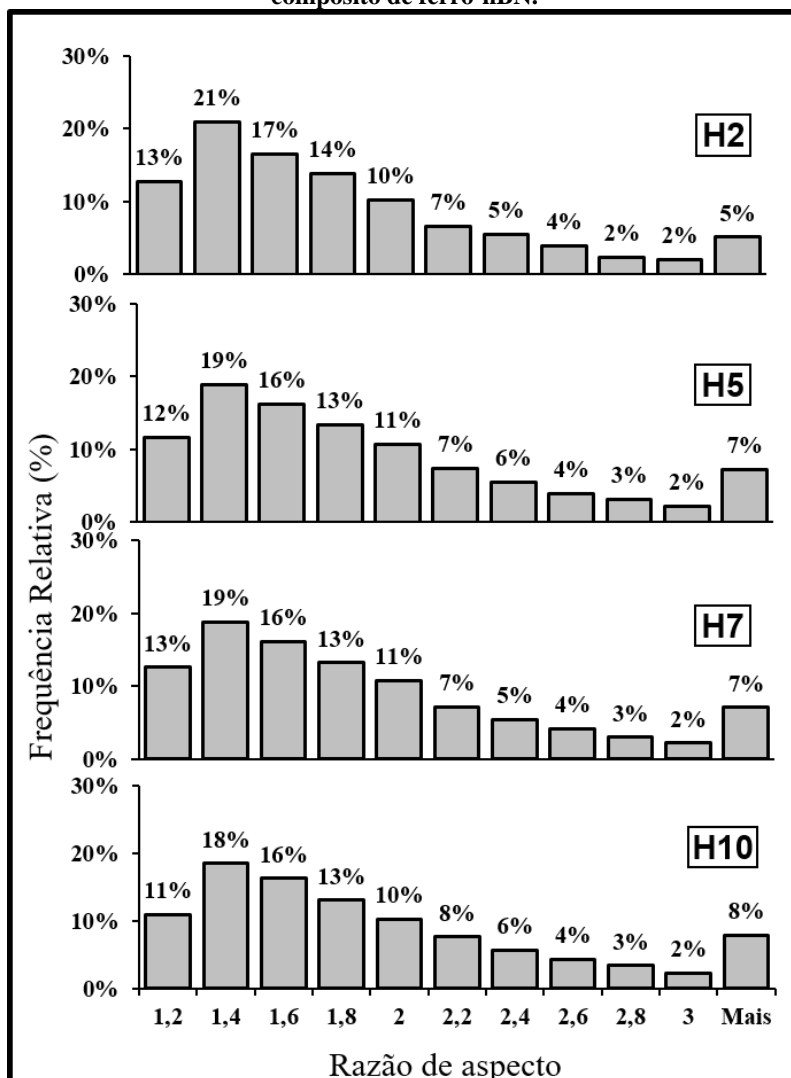
Fonte: Autoria própria

**Figura 29: Histogramas da distribuição da razão de aspecto das descontinuidades obtidas via análise de imagens para as amostras de ferro puro.**



Fonte: Autoria própria

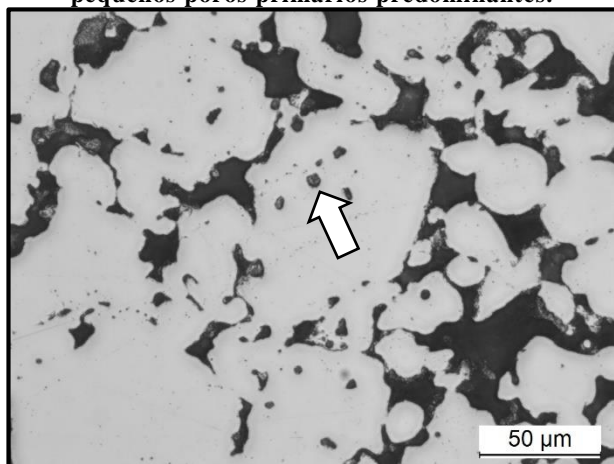
**Figura 30: : Histogramas da distribuição da razão de aspecto das descontinuidades obtidas via análise de imagens para as amostras de compósito de ferro-hBN.**



Fonte: Autoria própria

Em primeira análise fica claro que a distribuição de tamanho e formato das descontinuidades medidas é muito similar para todas condições analisadas. Em todo material avaliado mais de 65 % das descontinuidades tem um máximo diâmetro de Ferret abaixo de  $15\text{ }\mu\text{m}$  e 45 % das descontinuidades tem um fator de forma entre 0,8 e 1,0. Isso pode ser atribuído à grande incidência de pequenos poros primários com formato mais próximo a esferas, mostrados com mais detalhe na Figura 31. Ou seja, apesar de representar uma pequena porção da área total de descontinuidades estes inúmeros pequenos poros predominam nas distribuições estatísticas perante as maiores descontinuidades.

**Figura 31: Micrografia da amostras F2 obtida em microscópio óptico, sem ataque e magnificação de 500X, seta indicando exemplo de pequenos poros primários predominantes.**



Fonte: Autoria própria

Mesmo com este “ruído” causado pelos pequenos poros predominantes, a diferença na distribuição de tamanho das descontinuidades é visível ao se analisar o percentual daquelas com diâmetro máximo de Ferret acima de  $50\text{ }\mu\text{m}$ . Este valor cai de 10 para 2 % com o aumento da pressão de compactação (Figura 25) e aumenta de 3 para 5 % com o aumento do percentual de hBN (Figura 26).

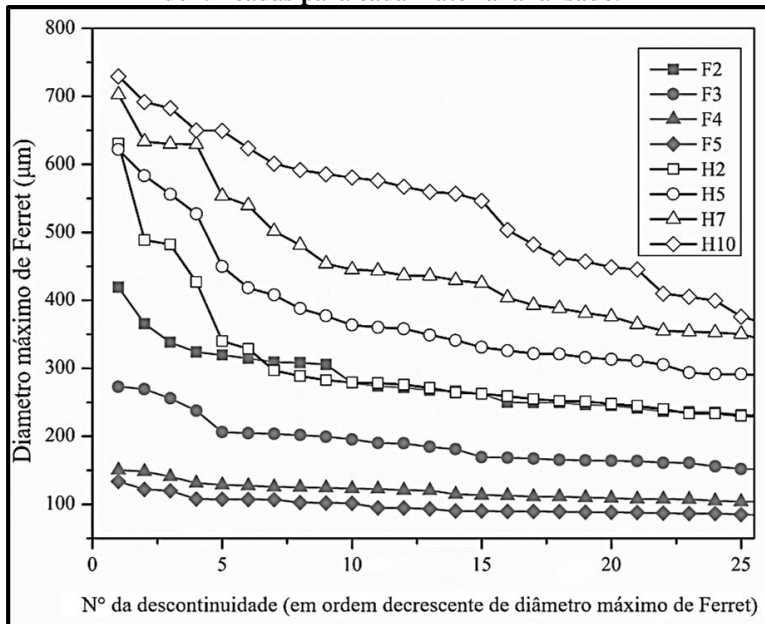
De maneira similar, a redução da pressão de compactação e aumento no percentual de hBN leva a formação de descontinuidades com menor fator de forma (Figuras Figura 27 e Figura 28). Ou seja, esta variação de parâmetros gera descontinuidades mais irregulares, mais

distantes daquelas com uma seção transversal com formato circular, que teriam fator de forma igual a 1.

A variação na pressão de compactação não gera diferença perceptíveis na distribuição da razão de aspecto das discontinuidades (Figura 29). Já a adição de hBN um aumento na incidência de discontinuidades mais alongadas, com maior razão de aspecto. O percentual de discontinuidades com razão de aspecto superior a 3 é de apenas 3 % para ferro puro compactado a 500MPa (F5 na Figura 29), mas sobe para 7 % com adição de apenas 5 % vol. de hBN (H5 na Figura 30).

Apesar destas diferenças na distribuição de tamanho e formato parecerem pouco significativas, há uma grande variação no tamanho absoluto deste pequeno percentual das maiores discontinuidades de formato mais irregular e alongado. Para avaliar melhor a real variação do tamanho absoluto das discontinuidades (algo não visível nos histogramas apresentados) apresenta-se o gráfico da Figura 32. Nele mostra-se o diâmetro máximo de Ferret das 25 maiores discontinuidades detectadas, organizadas em ordem decrescente de tamanho.

**Figura 32: Diâmetro máximo de Ferret das 25 maiores discontinuidades identificadas para cada material analisado.**



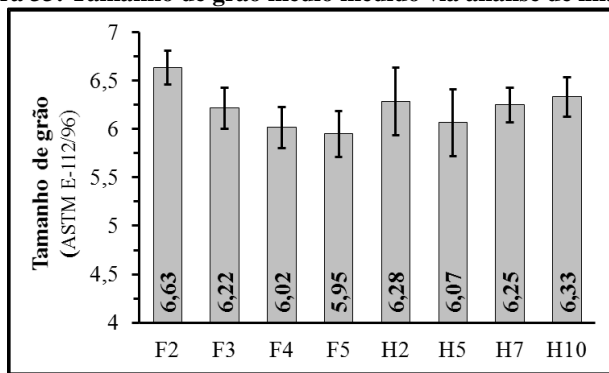
Fonte: Autoria própria

Neste gráfico é possível identificar que a redução da pressão de compactação leva a um diâmetro máximo de Ferret da maior descontinuidade, que varia entre 134 (F5) e 419  $\mu\text{m}$  (F2). O mesmo comportamento é observado com o aumento do teor de hBN, mas nesse caso o maior diâmetro máximo de Ferret varia de 630 (H2) a 729  $\mu\text{m}$  (H10). Estas maiores continuidades das amostras com hBN evidenciam a já comentada aglomeração e cisalhamento das partículas de lubrificante sólido, que tinham diâmetro original de aproximadamente 150  $\mu\text{m}$ .

Comparando os dois grupos de amostras, fica claro que mesmo para pequenos teores de hBN há vários depósitos de lubrificante sólido que superam em tamanho até mesmo os maiores poros primários gerados na amostra F2. Por exemplo, a amostra H2 tem cerca de 11 % a menos de área total de descontinuidade que a amostra F2, que ainda possui 7 % a mais de descontinuidades maiores 50  $\mu\text{m}$  e 2 % a mais de descontinuidades com fator de forma menor ou igual a 0,1. No entanto, a amostra H2 tem a maior descontinuidade cerca de 50 % maior que a da amostra F2. Mesmo que o perfil de tamanho de descontinuidades das duas amostras se sobreponham, denotando que os maiores depósitos de hBN são de pouca relevância estatística, os poucos defeitos de maior dimensão podem ser relevantes para as propriedades do material.

A Figura 33 mostra o tamanho de grão médio medido via análise de imagens para todas as oito condições analisadas.

**Figura 33: Tamanho de grão médio medido via análise de imagens.**



Fonte: Autoria própria

O tamanho de grão médio medido não sofreu alterações significativas para diferentes teores de hBN. A diferença entre as médias é pequena em relação ao desvio padrão medido, e de um ponto de vista



estritamente estatístico não se pode descartar a hipótese  $H_0$  (em um teste  $z$  com  $\alpha=0,05$ ). Já nas amostras de ferro puro identifica-se uma tendência de aumento do grão (indicado pela redução no número obtido pela técnica do intercepto) à medida que se aumenta a pressão de compactação. Este diminuto aumento no tamanho de grão pode ser associado a um maior contato entre partículas que favorece os mecanismos difusivos pelos quais o coalescimento de grão ocorre. Em contrapartida, a utilização do mesmo tratamento térmico para todas as amostras contribui para que seu tamanho médio de grão seja similar, uma vez que tempo e temperatura são um dos fatores que exercem maior influência no tamanho de.

## 5.2. RESISTÊNCIA MECÂNICA

Para mensurar a influência destas diferenças microestruturais discutidas na sessão anterior nas propriedades mecânicas das amostras foram realizados testes de microdureza e resistência a tração.

A Tabela 1 apresenta o valor médio de microdureza Vickers medida para uma amostra de ferro puro (F5) e outra de compósito ferro-hBN (H5). As indentações em ambas as amostras foram realizadas de forma a evitar as descontinuidades, e na amostra H5 selecionou-se áreas próximas aos depósitos de hBN.

**Tabela 1: Microdureza Vickers média da matriz metálica.**

<b>Código da amostra</b>	<b>Microdureza média da matriz (HV)</b>
F5	$100,8 \pm 6,1$
H5	$107,3 \pm 4,7$

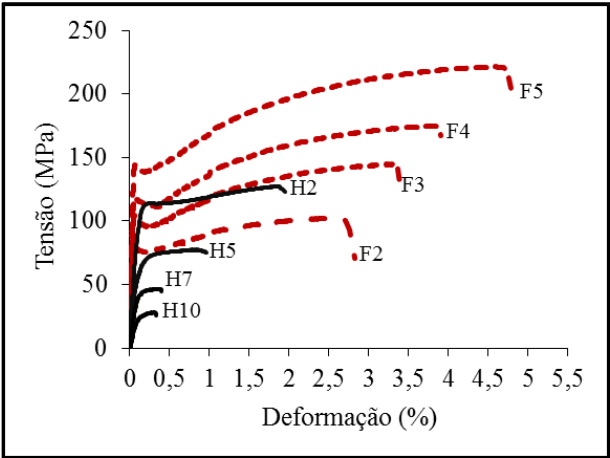
Fonte: Autoria própria

Estes valores mostram que a matriz de ferro puro é de fato tão dúctil que fica próxima do limite inferior recomendado para a utilização da técnica (SOUZA, 1982). Além disso, fica claro que adição de hBN não causa uma alteração significativa na dureza da matriz, uma vez que as duas médias são estatisticamente iguais. Portanto, tal qual salientado previamente, do ponto de vista mecânico, pode-se tratar o hBN como sendo inerte na matriz ferrosa.

O gráfico apresentado na

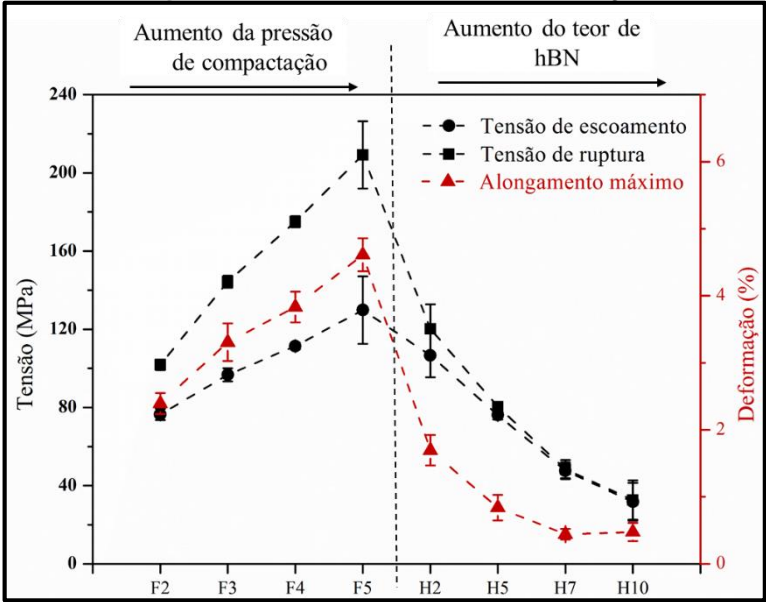
Figura 34 mostra a curva tensão deformação característica (de apenas um corpo de prova) de cada material analisado. Os valores médios de tensão de escoamento, tensão de ruptura e alongamento máximo estão apresentados no gráfico mostrado na Figura 35.

Figura 34: Curva tensão-deformação característica de cada material testado.



Fonte: Autoria própria

Figura 35: Valores médios de tensão de escoamento e ruptura e alongamento máximo obtidos em testes de tração.



Fonte: Autoria própria

O aumento da pressão de compactação de 200 para 500 MPa nas amostras de ferro puro eleva sua tensão de escoamento ( $\sigma_e$ ) de 76 para 130 MPa, a tensão de ruptura ( $\sigma_r$ ) de 102 para 209 MPa e o alongamento ( $\epsilon$ ) de 2,4 para 4,6 %. Em contrapartida, a adição de apenas 2,5 % vol. de hBN reduziu  $\sigma_e$  a 107 MPa, a  $\sigma_r$  a 120 MPa e  $\epsilon$  a 1,7 %. Para teores maiores de hBN quase não há deformação plástica e todos os três parâmetros computados são menores que mesmo o ferro puro mais poroso (F2). Portanto a amostra menos resistente é a H10, com 10 % vol. de hBN, apresentando  $\sigma_e = 31$  MPa,  $\sigma_r = 33$  MPa e  $\epsilon = 0,4$  %.

Resumindo, nestes gráficos é possível identificar que tanto a redução da pressão de compactação quanto o aumento no teor de hBN causam a redução da resistência mecânica e plasticidade do material. Este resultado é facilmente interpretado como consequência da redução da seção resistente causada pelo aumento do percentual de descontinuidades, sejam elas poros ou depósitos hBN. Entretanto, fica claro que as partículas de hBN tem um efeito deletério mais pronunciado que os poros primários, em especial no alongamento máximo. Ou seja, as diferenças morfológicas entre as descontinuidades de diferentes amostras, amplamente discutidas no capítulo anterior, são um fator determinante para o comportamento mecânico do material.

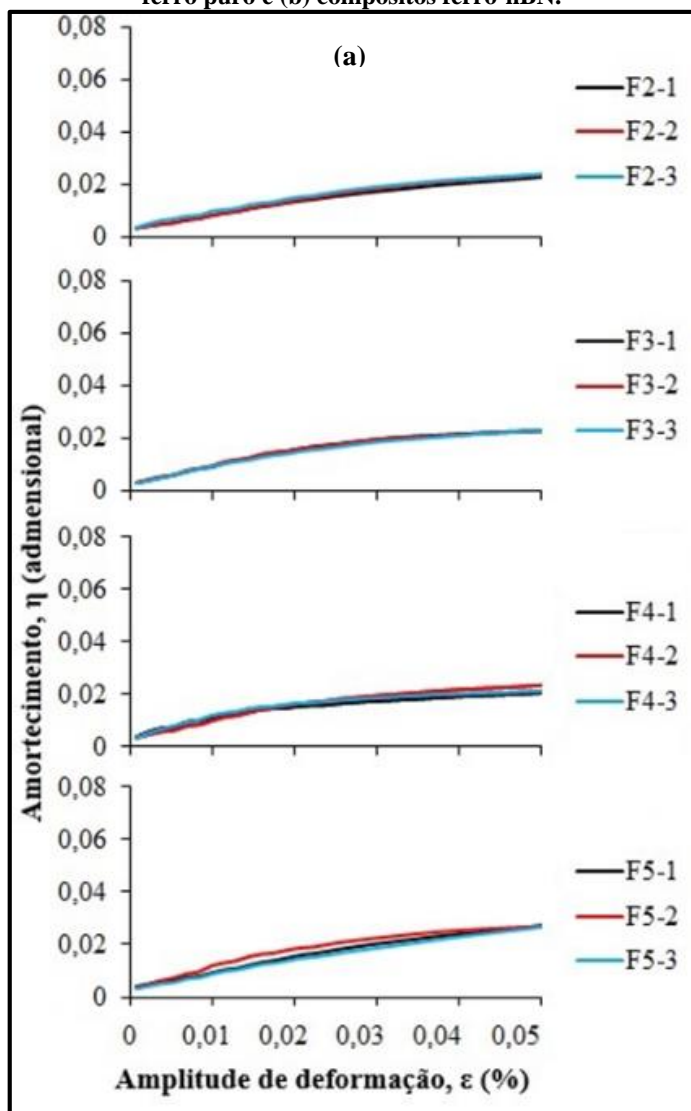
Consequentemente, a adição de partículas de hBN que cisalham e se aglomeram comprometem mais a resistência mecânica do que os poros que são menores e de formato mais regular, como foi primeiramente mostrado nas Figuras Figura 17 e Figura 18, e posteriormente mensurado na análise de imagens (Figuras Figura 24 a Figura 32).

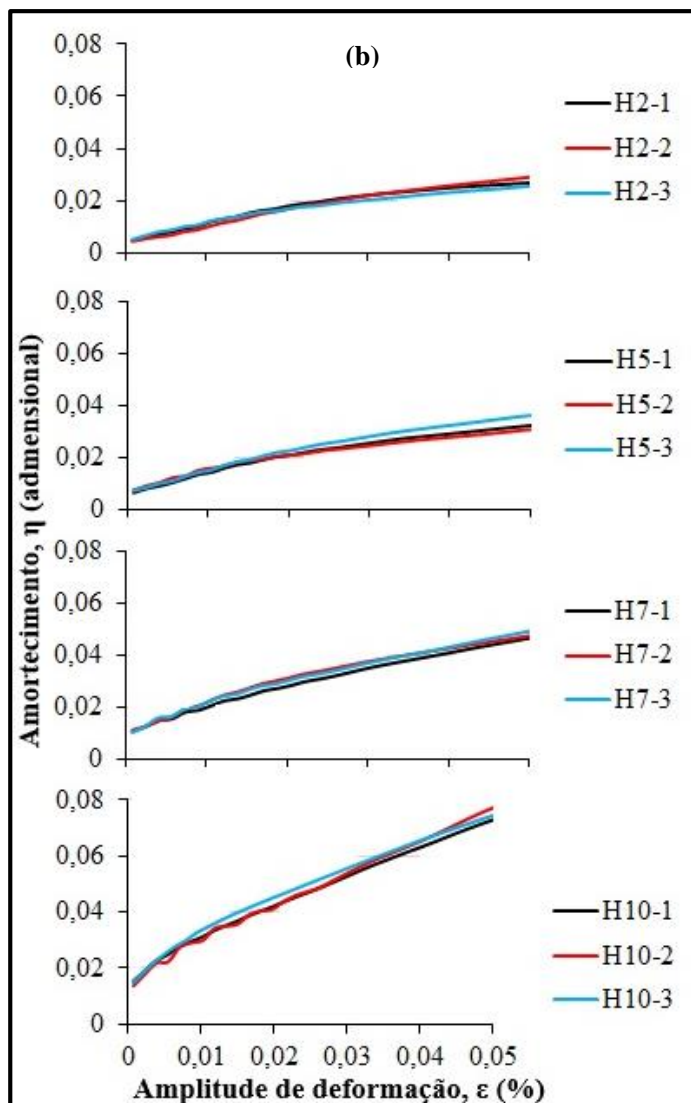
Além da maior concentração de tensões proveniente dos depósitos de hBN serem maiores, mais alongados e de formato mais agudo há também seu efeito de redução da continuidade da matriz. Tal qual mostrado por Schroeder et. al (2010) e Gonçalves et. al (2014), o cisalhamento das partículas de hBN entre as partículas de ferro que impedem a formação de contato entre elas contribui ainda mais para a redução da resistência mecânica. A redução mais acentuada do alongamento máximo e da tenacidade já com apenas 2,5 % vol. de hBN é a principal consequência da diminuição de contatos entre as partículas da matriz metálica durante a sinterização.

### 5.3. AMORTECIMENTO INTERNO

As curvas de amortecimento em função da amplitude obtidas nos ensaios de DMA para cada um dos 3 corpos de prova de cada material estão mostradas nas Figura 36.

Figura 36: Curvas de amortecimento (fator de perda,  $\eta$ ) em função da amplitude de deformação dos três corpos de prova das amostras de (a) ferro puro e (b) compósitos ferro-hBN.





Fonte: Autoria própria

A primeira informação obtível a partir destes gráficos é que houve grande repetibilidade entre os ensaios de diferentes corpos de prova de um mesmo material. Ou seja, as três curvas obtidas para cada composição tem um formato muito similar e se sobrepõem em muitos

pontos. Isto confirma que a etapa de adequação dimensional das amostras foi bem-sucedida, e pode-se comparar diretamente o amortecimento dos diferentes materiais sinterizados analisados. No entanto, a comparação direta dos valores medidos com resultados de outros trabalhos ou literatura não é possível. Isto ocorre porque, segundo resumido por Ritchie et al. (1987), essas quantidades mensuradas na verdade representam o amortecimento do corpo de prova sendo uma resposta de sua geometria específica e das condições de carregamento.

Outro fator evidente a partir desses resultados é a forte dependência do amortecimento na amplitude de oscilação. Para todas as amostras há um aumento no amortecimento a medida que se eleva a amplitude de deformação. Outra característica identificada é a de crescimento do amortecimento ter caráter fortemente logarítmico para todas as amostras de ferro puro. Isto é, o acréscimo no amortecimento torna-se menor a medida que a amplitude de deformação aumenta. Para as amostras de compósito ferro-hBN esse comportamento torna-se menos evidente a medida que o teor de hBN aumenta.

Este comportamento do amortecimento em função da amplitude é observado na literatura para outros materiais como ferro fundido (GOLOVIN, 2012) e compósitos ferro-hBN (SUEYOSHI; ROCHMAN; KAWANO, 2003). Embora não haja um modelo universal para o amortecimento dependente da amplitude e haja certas contradições a partir de muitos resultados práticos, como salientado por Gelli e Olzi (1997), o formato das curvas ainda pode ser interpretado por um ponto de vista de micromecanismos.

Ferro puro e aços baixo carbono tem a movimentação de discordâncias, conforme o modelo de Granato e Lücke (1956), e de domínios magnéticos como mecanismos de amortecimento predominantes (LIAN; MARLER; LI, 1995).

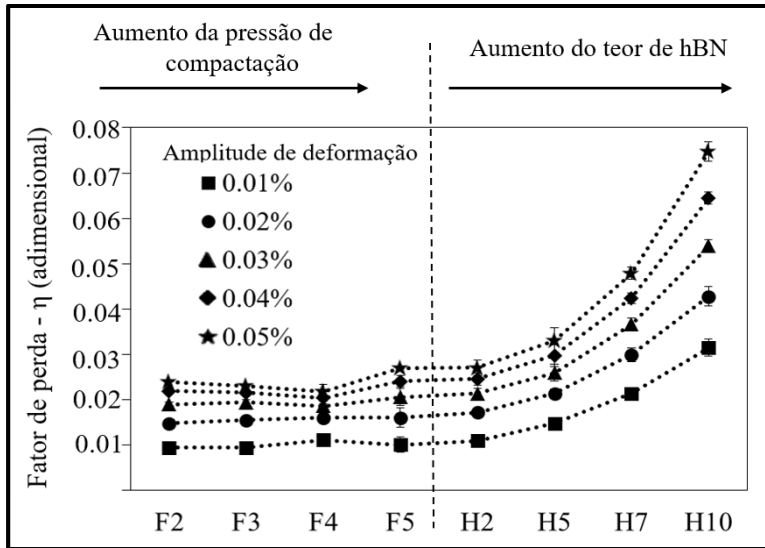
Uma vez que se aumenta a amplitude de deformação aumenta-se a energia disponível para movimentar defeitos e mais defeitos se movendo significa uma maior parcela de energia é dissipada (BLANTER et al., 2007; PUŠKÁR, 2001). No entanto, amplitudes na ordem de  $10^{-4}$  podem ser consideradas elevadas para o regime elástico, de maneira que muitas fontes de amortecimento da matriz metálica já estão ativas. Neste caso, identifica-se que para esses materiais de matriz de ferro puro testados, a cada novo acréscimo de amplitude um menor número de novos defeitos se somam aos já “ativos”.

Em contrapartida, essa suposta “saturação” de fontes de amortecimento é cada vez menos notada a medida que uma maior parcela do amortecimento total pode ser atribuída ao hBN. Este sólido lamelar,

assim como o grafite (GOLOVIN, 2012; SUEYOSHI; TAGAMI; ROCHMAN, 2001), apresenta um amortecimento fortemente dependente da amplitude atribuído ao microcisalhamento entre os planos atômicos (KARDASHEV et al., 2001; SUEYOSHI; ROCHMAN; KAWANO, 2003). Portanto, estima-se que o hBN ou os possíveis novos mecanismos que surgem no material final ao adicioná-lo como segunda-fase não sofram esse feito de saturação dentro da amplitude de vibração imposta nos ensaios.

A Figura 37 mostra o amortecimento médio de cada material testado para diferentes amplitudes de deformação, de maneira a facilitar sua comparação.

**Figura 37: Amortecimento médio (fator de perda,  $\eta$ ) para diferentes amplitudes de amortecimento conforme medido no DMA para os oito materiais avaliados.**

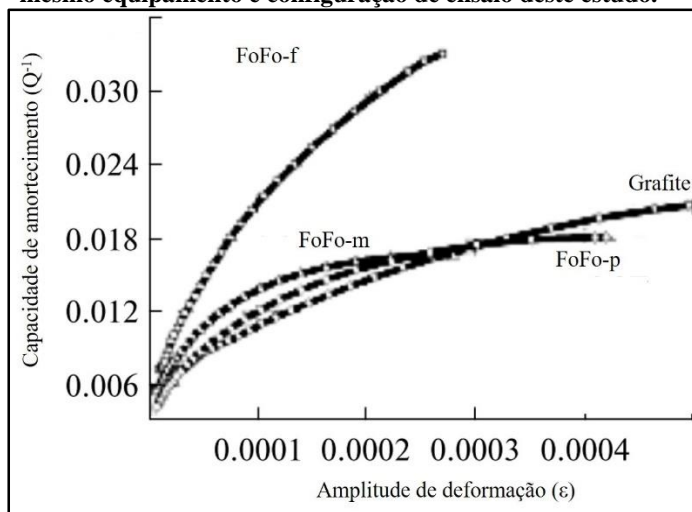


Fonte: Autoria própria

A mudança na pressão de compactação das amostras de ferro puro leva a mudanças pouco significativas na sua capacidade de amortecimento interno. O fator de perda a uma amplitude de, por exemplo,  $4 \times 10^{-4}$  varia de  $2,2 \times 10^{-2}$  para a mostra F2 até  $2,4 \times 10^{-2}$  para a mostra F5. Em contrapartida, a adição de hBN provou ser uma maneira efetiva de aumentar a capacidade de amortecimento do material, elevando o fator de perda de  $2,5 \times 10^{-2}$  para a amostra H2 para  $6,4 \times 10^{-2}$  para a

amostra H10, ambas a um amplitude de  $4 \times 10^{-4}$ . Para contextualizar estes valores obtidos com os HDMs mais difundidos no mundo, os ferros fundidos cinzentos, apresenta-se na Figura 38 o resultado destes materiais apresentados no estudo de Golovin (2012). Este estudo foi escolhido por apresentar resultados medidos com mesmo equipamento e configuração de ensaio utilizados neste estudo.

**Figura 38: Resultado na literatura de amortecimento dependente da amplitude para ferros fundidos cinzentos de matriz ferrítica (FoFo-f), martensíticas (FoFo-m) e perlítica (FoFo-p) e do grafite puro medido com mesmo equipamento e configuração de ensaio deste estudo.**



Fonte: Adaptado de Golovin (2012).

Neste estudo fica claro um formato das curvas amortecimento em função da amplitude muito similar às apresentadas na Figura 36. Além disso é possível notar que o amortecimento da grafita pura e ferros fundidos perlítico e martensítico é inferior ao das amostras de ferro puro, que são maiores que  $2,0 \times 10^{-2}$  em amplitude de  $4 \times 10^{-4}$ . As amostras com teor de hBN superior a 5 % Vol. tem amortecimento similar ao do ferro fundido de matriz ferrítica estudada por Golovin.

Poros atuam como concentradores de tensão, de forma que há mais energia disponível ao seu redor para ativar ou incrementar mecanismos de amortecimento dependeres da amplitude na matriz. Isso é especialmente verdade para materiais dúcteis que podem até mesmo sofrer microdeformações plásticas na vizinhança de poros (BEISS;



DALGIC, 2001; CHAWLA; DENG, 2005). Por conta disso diversos autores já identificaram os poros como sendo uma característica microestrutural muito relevante para materiais metálicos como o alumínio (HAKAMADA et al., 2009; ZHANG; GUNGOR; LAVERNIA, 1993) e ferro (AROCKIASAMY; PARK; GERMAN, 2010; LIAN; MARLER; LI, 1995).

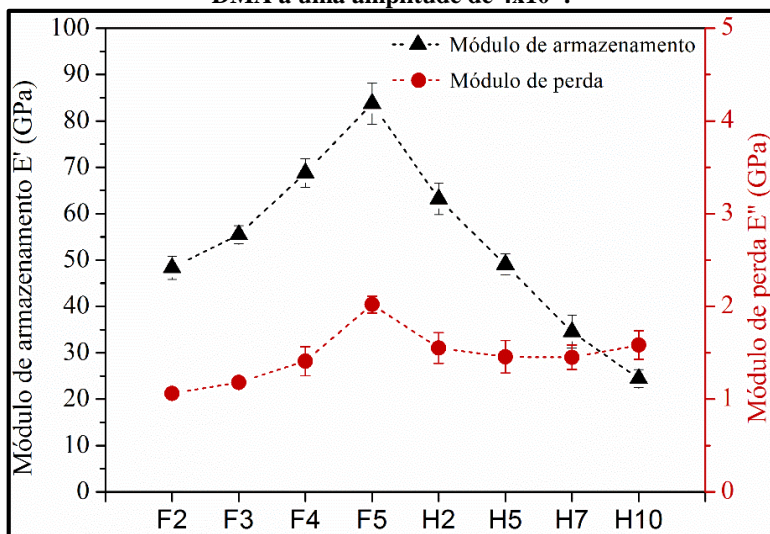
Porém, esta correlação entre poros e amortecimento não é identificada nas amostras de ferro puro avaliadas, como mostrado na Figura 37, onde um maior percentual de poros (significando uma maior concentração de tensões) não leva a um aumento representativo no fator de perda. Há duas possíveis explicações para este comportamento. Isto se descartar-se a possibilidade da técnica ou aparelho de DMA não gerar um resultado representativo, por conta tanto da repetibilidade dos resultados quanto do fato do mesmo aparelho ter sido usado na literatura para materiais semelhantes (GOLOVIN, 2012).

Primeiramente, a variação microestrutural gerada nas amostras de ferro puro ao mudar-se a pressão de compactação pode não ter sido suficiente para gerar uma diferença de amortecimento mensurável. Essa hipótese é baseada na distribuição de tamanho (Figura 25) e formato (Figuras Figura 27 e Figura 29) dos poros que é muito similar para as amostras de ferro puro. Ou seja, o amortecimento se mostra governado pela ampla maioria dos pequenos poros regulares presentes em todas as amostras. Ao contrário da resistência mecânica que se mostrou governada pela diminuição da seção resistente e presença de poucas descontinuidades maiores (elo mais fraco). Embora não haja na literatura uma referência direta a essa hipótese pode-se interpretá-la como uma extensão do verificado para ferros fundidos. Onde o formato e tamanho da grafita exerce mais influência que o aumento no teor desta, que nem sempre resulta em maior amortecimento (GOLOVIN, 2012; GOLOVIN et al., 1980).

Outra possível explicação para o comportamento mensurado das amostras de ferro puro provém da capacidade de amortecimento intrínseca da matriz. Ferro puro não é tido como um HDM de fato, isto é, este material tem uma capacidade de amortecimento em altas amplitudes relativamente baixa ao ser comparado a outros metais como o Nitinol, ligas de Mg ou ferro fundido (BLANTER et al., 2007). Consequentemente, mesmo que a concentração de tensões favoreça os principais mecanismos, baseados na movimentação de discordância e fronteiras de domínios magnéticos, isto não gere uma diferença representativa no amortecimento final.

O amortecimento é uma propriedade volumétrica. Portanto, depende da capacidade de dissipação intrínseca da microestrutura, mas também do volume total de material que está com os mecanismos ativados e efetivamente dissipando energia. É claro que, para um corpo de prova com mesmas dimensões, este percentual de volume capaz de dissipar energia mecânica é reduzido à medida que se aumenta o percentual de poros. Estes, por serem vazios, não introduzem novos mecanismos de amortecimento em seu volume ou interface. Em outros termos, é possível afirmar que tanto o módulo de armazenamento ( $E'$ ) quanto o de perda ( $E''$ ) diminuem ao se reduzir a densidade do material sinterizado. Partindo desse pressuposto, o fator de perda ( $\eta = \frac{E''}{E'}$ ) permaneceria relativamente constante para o caso dessa perda ser proporcional para ambos módulos. Esta hipótese foi experimentalmente comprovada, como mostrado na Figura 39.

**Figura 39: Módulo de perda e de armazenamento médios, medidos no DMA a uma amplitude de  $4 \times 10^{-4}$ .**



Fonte: Autoria própria

Diferentemente dos poros, um maior teor de hBN não causa uma redução no módulo de perda, somente no módulo de armazenamento. Isto explica tanto o aumento no amortecimento quanto a redução da resistência mecânica (representada aqui pela rigidez,  $E'$ ) para maiores volumes de hBN adicionados.

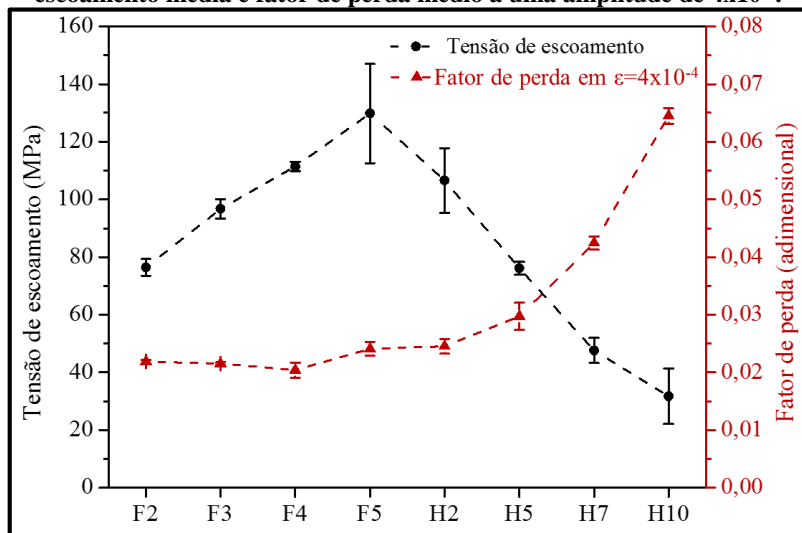
Apesar de a partícula de hBN não estar fortemente ligada à matriz de ferro, como discutido e mostrado anteriormente na Figura 23 (b), as duas fases estão em contato. Portanto, há interação mecânica entre matriz e segunda fase de forma que mecanismos de amortecimento podem surgir à medida que a energia mecânica é transferida ao sólido lamelar. Do ponto de vista de mecanismos, partículas de segunda fase como hBN, ao contrário dos poros, introduzem novos mecanismos de amortecimento além da concentração de tensões na matriz adjacente. Neste caso, o amortecimento intrínseco ao hBN, como já citado, é devido majoritariamente a microcisalhamentos entre seus planos atômicos. De forma resumida pode-se afirmar que o fato do hBN promover aumento na capacidade de amortecimento medida provém de seu amortecimento intrínseco somado à ativação de mecanismos que ele promove na matriz adjacente.

Ficou claro na análise de imagens aplicada às micrografias que os depósitos de hBN ao se aglomerar e cisalhar criam descontinuidades maiores e com formato mais alongado e agudo que os poros. Portanto, pode-se inferir que depósitos de hBN levam a um maior fator de concentração de tensões que a maioria dos poros presentes nos materiais testados. Isto, por sua vez, implica que depósitos de hBN contribuem mais que a ampla maioria dos poros para a ativação de mecanismos dependentes da amplitude e microdeformações plásticas na matriz ferrosa. Este mesmo pensamento é aplicado na interpretação do amortecimento de ferros fundidos onde os cinzentos, com formato mais alongado e agudo amortecem mais que os nodulares ou vermiculares (GOLOVIN et al., 1980).

Adicionalmente, tal qual reportado no estudo de Lian, Marler e Li (1995) sobre compósitos ferro-grafite, há a contribuição da redução da continuidade da matriz no amortecimento do compósito. Como identificado neste estudo, aumento do teor de lubrificante sólido introduz um novo mecanismo de dissipação: o atrito entre partículas interfaces fracamente ligadas. Ou seja, algumas partículas começam a se atritar ao serem expostas a esforços cíclicos, dissipando assim montantes significativos de energia mecânica.

A Figura 40 resume de maneira gráfica a influência simultânea da pressão de compactação e teor de hBN na resistência mecânica (representada pela tensão de escoamento) e capacidade de amortecimento dos materiais testados.

**Figura 40: Efeito simultâneo das variáveis na resistência mecânica e capacidade de amortecimento das amostras, representados pela tensão de escoamento média e fator de perda médio a uma amplitude de  $4 \times 10^{-4}$ .**



Fonte: Autoria própria

Nesta imagem fica claro que o aumento da porosidade gerado pela redução da pressão de compactação compromete a resistência mecânica sem que haja um aumento representativo no amortecimento. Já a adição de hBN causa um aumento no amortecimento a partir dos 5,0 %vol., chegando a mais de 100 % de aumento com 10 %vol., mas em contrapartida compromete muito mais a resistência mecânica do material.

## 6. CONCLUSÕES

A variação da pressão de compactação e do teor de hBN adicionado causaram mudanças significativas na microestrutura do material final. Essas mudanças microestruturais, por sua vez, alteraram de maneira significativa a resistência mecânica e/ou o amortecimento do material final. Dessa maneira, foi possível correlacionar o comportamento dinâmico-mecânico com a variação microestrutural e assim discutir os micromecanismos de dissipação de energia mecânica presentes nos materiais testados.

Com base nos resultados apresentados e discutidos com vistas à literatura é possível chegar as seguintes conclusões pontuais:

- O aumento da pressão de compactação de 200 para 500 MPa causa redução de 15,27 % na porosidade residual. A introdução de hBN causa uma redução inexpressiva na porosidade, entre 1,25 % e 0,50 %, de maneira que sua maior influência é a própria introdução dos depósitos de lubrificante sólido.
- Não é possível distinguir com precisão os poros dos depósitos de hBN com as técnicas de aquisição de imagem utilizadas. No entanto, uma vez que as partículas de hBN não são bem aderidas à matriz e tem baixa resistência ao cisalhamento, tanto poros quanto depósitos de lubrificante podem ser tratados como descontinuidades volumétricas. Do ponto de vista de resistência mecânica, ambas descontinuidades causam redução da seção resistente e concentração de tensões.
- Poros residuais são menores e mais arredondados que depósitos de hBN, o que torna estes concentradores mais intensos de tensão. Isto é consequência dos aglomerados de hBN que cisalham, se aglomeram e se despedaçam durante a mistura e compactação dos pós. Adicionalmente, as partículas de hBN também reduzem a continuidade da matriz ao se espalhar entre as partículas de ferro, impedindo seu contato e, conseqüentemente, uma sinterização efetiva.
- Todas as amostras produzidas possuem pequenos poros arredondados (com um máximo diâmetro de Ferret abaixo de 15  $\mu\text{m}$  e fator de forma entre 0,8 e 1,0) como descontinuidade predominante. Conseqüentemente, os histogramas de tamanho e forma das descontinuidades são muito similares para todas as amostras. Portanto, a principal diferença microestrutural entre as

amostras está nas maiores descontinuidades identificadas, que são de baixa incidência. A redução da pressão de compactação aumenta a interconectividade de poros primários, ou seja, aumenta o percentual relativo de poros comunicantes. A adição de maiores teores de hBN aumenta o grau de continuidade dos depósitos de lubrificante, aumento a incidência desses maiores poros mais alongados. Desta maneira, a maior descontinuidade identificada para ferro puro (Ferret máx. = 419  $\mu\text{m}$ ) ocorre com 200 MPa de pressão de compactação, e para os compósitos Fe-hBN (Ferret máx. = 729  $\mu\text{m}$ ) ocorre com 10 % vol. de hBN.

- Ambas descontinuidades, poros e depósitos de hBN, reduzem a resistência mecânica do material final, por conta da redução da seção transversal e concentração de tensões. O hBN tem efeito mais deletério na resistência à tração. Isto é consequência tanto do tamanho e formato dos depósitos quanto da redução da continuidade da matriz. Assim, os maiores valores médios de tensão de escoamento ( $\sigma_e = 130 \text{ MPa}$ ), tensão de ruptura ( $\sigma_r = 209 \text{ MPa}$ ) e alongamento máximo ( $\epsilon = 4,6 \%$ ) ocorrem para amostra de ferro puro compactada à maior pressão, 500 MPa. Consequentemente, a amostra menos resistente é a com 10 % vol. de hBN com  $\sigma_e = 31 \text{ MPa}$ ,  $\sigma_r = 33 \text{ MPa}$  e  $\epsilon = 0,4 \%$ .
- Todas as amostras apresentaram uma capacidade de amortecimento fortemente dependente da amplitude de deformação. O fator de perda medido cresce de maneira logarítmica à medida que a amplitude de deformação aumenta. Isto é consequência da maior energia mecânica disponível para ativar mais fontes de dissipação de energia, como movimentação de fronteiras de domínio magnético e discordâncias na matriz ferrosa.
- O aumento da porosidade residual de 14,2 para 29,5 %, decorrente da redução da pressão de compactação, não leva a mudanças significativas na capacidade de amortecimento de ferro puro sinterizado. Todas as amostras de ferro puro apresentaram um fator de perda igual a  $0,022 \pm 0,002$  a uma amplitude de deformação igual a  $4 \times 10^{-4}$ . Este comportamento pode ser explicado pela redução simultânea dos módulos de armazenamento e de dissipação. De um ponto de vista de mecanismos isto significa que, apesar dos poros concentrarem tensão na matriz favorecendo sua dissipação, eles reduzem o volume real de material dissipando energia mecânica.

- A capacidade de amortecimento do compósito de matriz ferrosa aumenta exponencialmente à medida que se adiciona teores crescentes de hBN. A adição de apenas 2,5 % vol. de hBN não causou uma diferença relevante na capacidade de amortecimento. Apenas com 5,0 % ou mais há aumento significativo no amortecimento do compósito em relação ao ferro puro compactado à mesma pressão. Consequentemente, o máximo amortecimento foi medido para amostra de 10 % vol. de hBN. Esta apresenta um fator de perda igual a 0,064 em  $\varepsilon=4 \times 10^{-4}$ , aproximadamente três vezes maior que o identificado para as amostras de ferro puro.
- Ao contrário dos poros, o hBN adiciona novos mecanismos de amortecimento além de concentrar tensões na matriz adjacente. O reflexo disso é a queda apenas do módulo de armazenamento ( $E'$ ) e não do de perda ( $E''$ ) com a adição de maiores teores de hBN. Além da capacidade de amortecimento intrínseca ao hBN, seu efeito de redução da continuidade da matriz adiciona um novo mecanismo, relacionado ao movimento relativo entre interfaces com baixa energia de ligação. Ou seja, há o surgimento de regiões de atrito quando partículas de ferro separadas por camadas de hBN são expostas a esforços cíclicos.

Resumidamente, de um ponto de vista de engenharia, a introdução de sólidos lamelares, tal qual o hBN, como partículas de segunda fase apresenta um maior potencial para futuros desenvolvimento de HDMs sinterizados do que a introdução de poros. No entanto, futuros esforços devem ser concentrados no aumento do amortecimento sem comprometer de maneira tão acentuada resistência mecânica do compósito.





## 7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Avaliar a influência de outros tipos de pós de hBN, como cristais individuais e granulados com menor tamanho de partícula, para que ocorra menor cisalhamento e deformação/alteração de formato das partículas. Dessa forma seria possível avaliar a influência do formato dos depósitos de hBN.
- Estudar a influência da porosidade em outras matrizes metálicas com maior capacidade intrínseca de amortecimento, como aços Fe-Cr e Fe-Mn. Nesses casos seria possível avaliar se a contribuição aos mecanismos de amortecimento na matriz, por conta da concentração de tensões, teria maior contribuição que a redução do volume real de material dissipando energia mecânica. Ou seja, seria possível identificar se haveria aumento ou constância nos valores do módulo de perda,  $E''$ .
- Adicionar hBN à outras matrizes metálicas, com maior capacidade de amortecimento que ferro puro e avaliar a possibilidade de sinergia entre mecanismos de amortecimento.
- Repetir os experimentos com grafite no lugar de hBN e assim verificar a influência da difusão do carbono na matriz ferrosa.
- Avaliar a influência de diferentes ciclos de sinterização e/ou tratamentos térmicos. Assim poderia identificar-se o efeito de outras características microestruturais como o coalescimento de grãos e de poros.



## REFERÊNCIAS

- ADAMS, R. D. The Damping Characteristics of Certain Steels, Cast Irons and Other Metals. **Journal of Sound and Vibration**, v. 23, p. 199–216, 1972.
- AROCKIASAMY, A.; PARK, S. J.; GERMAN, R. M. Viscoelastic behaviour of porous sintered steels compact. **Powder Metallurgy**, v. 53, n. 2, p. 107–111, maio 2010.
- ASHBY, M. F. **Materials Selection in Mechanical Design**. Third ed. [s.l.] Elsevier, 2005.
- AUDENINO, A.; CALDERALE, P. Measurement of non-linear internal damping in metals: Processing of decay signals in a uniaxial stress field. **Journal of sound and vibration**, v. 198, p. 395–409, 1996.
- BALACHANDRAN, B.; MAGRAB, E. B. **Vibrations**. Second ed. [s.l.] Cengage Learning, 2011.
- BARRADO, M. et al. Composites with ultra high damping capacity based on powder metallurgy shape memory alloys. **Materials Science and Engineering A**, v. 521-522, p. 363–367, 2009.
- BEISS, P.; DALGIC, M. Structure property relationships in porous sintered steels. **Materials Chemistry and Physics**, v. 67, n. 1-3, p. 37–42, 2001.
- BIRCHON, D. Hidamets: metals to reduce noise and vibration. **The Engineer**, v. 22, p. 207–209, 1966.
- BLANTER, M. S. et al. Internal Friction in Metallic Materials - A Handbook. In: Springer Series in Materials Science. Berlin, Heidelberg: Springer, 2007. v. 90p. 1–8, 148–155.
- CERESARA, S.; GIARDA, A. Damping characteristics of CU-ZN-Al shape memory alloys. **Le Journal de Physique IV**, v. 1, p. 235–240, 1991.
- CHAWLA, N.; DENG, X. Microstructure and mechanical behavior of porous sintered steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 390, n. 1-2, p. 98–112, 2005.
- CHUNG, D. D. L. Review: Materials for vibration damping. **Journal of Materials Science**, n. 36, p. 5733–5737, 2001.

DE MORTON, M. E. Elastic and Anelastic Behavior during the Martensitic Transformation in Indium-Thallium Alloys. **Journal of Applied Physics**, v. 40, n. 1, p. 208, 1969.

DRITS, M. E. et al. Magnesium Alloys With High Damping Capacity. **Metallovedenie i Termicheskaya Obrabotka Metallov**, n. 11, p. 48–51, 1970.

ENGLER, P.; FRIEDMAN, W. D. Review of dual-energy computed tomography techniques. **Materials Evaluation**, v. 48, p. 623–629, 1990.

GELLI, D.; OLZI, E. Amplitude-Dependent Material Damping-Old Beliefs and New Facts: Working Toward a Synthesizing Model. **M3D III: Mechanics and Mechanisms of Material Damping**, p. 302–312, 1997.

GERMAN, R. M. **Powder Metallurgy & Particulate Materials Processing**. 1a Edição ed. EUA: Powder Metallurgy & Particulate Materials Processing. MPIF – Metal Powder Industry Federation, 1996.

GIRISH, B. M.; SATISH, B. M.; MAHESH, K. Vibration damping of high-chromium ferromagnetic steel and its dependence on magnetic domain structure. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 484, n. 1-2, p. 296–299, set. 2009.

GOLOVIN, I. S. et al. Fatigue-related damping in some cellular metallic materials. **Materials Science & Engineering A**, v. 370, p. 537–541, 2004a.

GOLOVIN, I. S. et al. Damping in some cellular metallic materials due to microplasticity. **Materials Science and Engineering: A**, v. 370, n. 1-2, p. 531–536, abr. 2004b.

GOLOVIN, S. A. et al. Damping capacity of cast irons with different shapes of graphite inclusions. **Strength of Materials**, v. 12, n. 3, p. 360–363, 1980.

GOLOVIN, S. A. On the damping capacity of cast irons. **The Physics of Metals and Metallography**, v. 113, n. 7, p. 716–720, 4 ago. 2012.

GOLOVIN, S. A.; GOLOVIN, I. S. **Proceedings of the 9th International Conference on Internal Friction and Ultrasonic Attenuation in Solids** Beijing: 1990

GONÇALVES, P. DA C. et al. Self-lubricant sintered composites with hexagonal boron nitride and graphite mixtures as solid lubricants. **WorldPM**

2014, p. 1–7, 2014.

GRANATO, A.; LÜCKE, K. Theory of Mechanical Damping Due to Dislocations. **Journal of Applied Physics**, v. 27, n. 6, p. 583, 1956.

GU, J. et al. Damping behaviors of magnesium matrix composites reinforced with Cu-coated and uncoated SiC particulates. **Composites Science and Technology**, v. 65, n. 11-12, p. 1736–1742, 2005.

GU, J.; ZHANG, X.; GU, M. Effect of interphase on the damping capacity of particulate—reinforced metal matrix composites. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 381, n. 1-2, p. 182–187, nov. 2004.

HAKAMADA, M. et al. Effects of Pore Characteristics Finely-Controlled by Spacer Method on Damping Capacity of Porous Aluminum. **Materials Transactions**, v. 50, n. 2, p. 427–429, 2009.

HAMMES, G. **Aços sinterizados autolubrificantes a seco com elevada resistência mecânica associada a baixo coeficiente de atrito.** [s.l.] Universidade Federal de Santa Catarina, 2011.

HAUBNER, R. et al. Boron Nitrides - Properties, Synthesis and Applications. **High Performance Non-Oxide Ceramics II - Structure and Bonding**, v. 102, n. High Performance Non-Oxide Ceramics, p. 14–18, 2002.

HEDLEY, J. The mechanism of damping in manganese-copper alloys. **Metal Science**, v. 2, n. 1, p. 129–137, jan. 1968.

IGATA, N. et al. High Damping Fe-Cr-Mn Alloy. **Le Journal de Physique IV**, v. 06, n. C8, p. C8–791–C8–794, dez. 1996.

IGATA, N. et al. Panel discussion on the application of HDM. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 355, p. 230–240, 2003.

JAMES, D. W. High Damping Metals for Engineering Applications. **Materials Science and Engineering**, v. 4, n. 1, p. 1–8, 1968.

JEE, K. K. et al. Damping capacity in Fe-Mn based alloys. **Scripta materialia**, v. 37, n. 7, p. 943–948, out. 1997.

JEE, K. K. et al. Damping mechanism and application of Fe-Mn based alloys. **Materials Science and Engineering: A**, v. 273-275, p. 538–542, dez. 1999.

KARDASHEV, B. K. et al. Elasticity and Inelasticity of Ceramic Samples of Graphitelike Boron Nitride. **Physics of the Solid State**, v. 43, n. 6, p. 1084–1088, 2001.

KINRA, V. K.; WOLFENDEN, A. M3D III: Mechanics and Mechanisms of Material Damping. 1 jan. 1997.

LAKES, R. Extreme Damping in Composite Materials with a Negative Stiffness Phase. **Physical Review Letters**, v. 86, n. 13, p. 2897–2900, mar. 2001.

LANDIS, E. N.; KEANE, D. T. X-ray microtomography. **Materials Characterization**, v. 61, n. 12, p. 1305–1316, 2010.

LIAN, Y. C.; MARLER, R. T.; LI, J. C. M. Damping properties of consolidated iron and graphite powders. v. 43, n. 2, p. 631–638, 1995.

LU, H. et al. Design, Fabrication, and Properties of High Damping Metal Matrix Composites—A Review. **Materials**, v. 2, n. 3, p. 958–977, 18 ago. 2009.

MAHATHANABODEE, S. et al. Effects of hexagonal boron nitride and sintering temperature on mechanical and tribological properties of SS316L/h-BN composites. **Materials & Design**, v. 46, p. 588–597, 2013.

MARTIROSYAN, N. S. Vibrodamping Properties of Iron-based Sintered Materials. **Poroshkovaya Metallurgiya**, v. 10, p. 97–102, 1985.

MARTIROSYAN, N. S. STRUCTURE AND PROPERTIES OF IRON-BASE VIBRODAMPING MATERIALS. I. VIBRODAMPING PROPERTIES OF IRON-BASE SINTERED MATERIALS. **Poroshk. Metall**, n. 10, p. 97–102, 1986.

MENARD, K. P. **Dynamic Mechanical Analysis - A Practical Introduction**. 2°. ed. Boca Raton, FL: CRC Press, 2008.

MEYERS, M. A.; CHAWLA, K. K. **Mechanical Behaviour of Materials**. Second ed. [s.l.] Cambridge University Press, 2009.

NASHIF, A. D.; JONES, D. I. G.; HENDERSON, J. P. **Vibration damping**. 1st. ed. [s.l.] John Wiley & Sons, 1985.

NISHIDA, M. **Stress Concentration (in Japanese)**. Tokyo: Morikita

Publishing Co., 1967.

NISHIYAMA, K. et al. Damping properties of a sintered Mg–Cu–Mn alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 355, n. 1-2, p. 22–25, 2003.

NOWICK, A. S.; BERRY, B. S. Anelastic Relaxation in Crystalline Solids. **Academic Press**, p. 130, 1972.

PAVANATI, H. C. **Sinterização de Ferro Puro com Enriquecimento Superficial Simultâneo de Cromo em Descarga Elétrica em Regime Anormal**. [s.l.] Universidade Federal de Santa Catarina, 2005.

PUŠKÁR, A. **Internal friction of materials**. First Edit ed. Cambridge, UK: Cambridge International Science Publishing, 2001.

RAO, S. S. Mechanical Vibrations. In: Fourth edi ed. [s.l.] Pearson Prentice Hall, 2004. p. 9–11.

RIEDEL, M. An Introduction to Dual Energy Computed Tomography. **University of Texas Health Science Center at San ...**, p. 1–6, 2011.

RITCHIE, I. G. et al. High Damping Alloys—The Metallurgist’s Cure for Unwanted Vibrations. **Canadian Metallurgical Quarterly**, v. 26, n. 3, p. 239–250, 1 jul. 1987.

RITCHIE, I.; PAN, Z. High-damping metals and alloys. **Metallurgical Transactions A**, v. 22A, n. March, p. 607–616, 1991.

ROKHLIN, L. L.; SHEREDIN, V. V. The Damping Capacity of Magnesium Alloys. **Metallovedenie i Termicheskaya Obrabotka Metallov**, n. 8, p. 54–56, 1969.

SCHALLER, R. Metal matrix composites, a smart choice for high damping materials. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 355, p. 131–135, 2003.

SCHALLER, R.; FANTOZZI, G.; GREMAUD, G. Mechanical spectroscopy. **Materials Science Forum**, v. 366-368, p. 32–73, 2001.

SCHROEDER, R. et al. Internal lubricant as an alternative to coating steels. **Metal Powder Report**, v. 65, n. 7, p. 24–31, 2010.

SOUZA, S. A. DE. **Ensaaios mecânicos de materiais metálicos - fundamentos teóricos e práticos**. 5°. ed. São Paulo, SP: [s.n.].

SUEYOSHI, H.; ROCHMAN, N. T.; KAWANO, S. Damping capacity and mechanical property of hexagonal boron nitride-dispersed composite steel. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 355, p. 120–125, 2003.

SUEYOSHI, H.; TAGAMI, K.; ROCHMAN, N. Damping Capacity of Graphite-dispersed Composite Steel. **Netsu Shori(Journal of the Japan ...**, v. 42, n. 6, p. 965–969, 2001.

SUGIMOTO, K. et al. Study of Damping Capacity in Magnesium Alloys. **Transactions of the Japan Institute of Metals**, v. 18, n. 3, p. 277–288, 1977.

SUZUKI, K.; FIJITA, T.; HASEBE, M. Damping Capacity and Mechanical Properties of Sintered Fe—Cr—Mo High-Damping Alloys. **Powder Metallurgy**, v. 20, n. 4, p. 205–211, 1977.

TAO, J. G. et al. Mechanism of formation of Fe-N alloy in the solid-state reaction process between iron and boron nitride. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 384, n. 1-2, p. 268–273, 2004.

THUMMLER, F.; OBERACKER, R. **Introduction to powder Metallurgy**. [s.l.] Cambridge: The Institute of Materials, 1993.

TIMOSHENKO, S. P. Vibration problems in engineering. In: Second Edi ed. [s.l.] D. Van Nostrand Company Inc., 1937. p. 3–4.

VANWALLEGHEM, J. et al. Practical Aspects in Measuring Vibration Damping of Materials. **15° International Conference on Experimental Mechanics**, n. iii, p. 1–10, 2012.

VÉR, I. L.; BERANEK, L. L. **Noise and Vibration Control Engineering Principles and Applications**. Second ed. Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, 2005.

VISNAPUU, A.; NASH, R.; TURNER, P. Damping properties of selected steels and cast irons. **Report of investigations - United States Departament of the Interior - Bureau of Mines**, p. 1–15, 1987.

YOSHIDA, I.; ONO, T.; ASAI, M. Internal friction of Ti-Ni alloys. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 310, n. 1-2, p. 339–343, 2000.

ZENER, C. M. **Elasticity and Anelasticity of Metals** Nature Chicago, IUniversity of Chicago Press, , 16 jul. 1949.



ZHANG, J. et al. Effects of secondary phases on the damping behaviour of metals, alloys and metal matrix composites. **Materials Science & Engineering**, v. 13, p. 325–389, 1994.

ZHANG, J.; GUNGOR, M. N.; LAVERNIA, E. J. The effect of porosity on the microstructural damping response of 6061 aluminium alloy. **Journal of Materials Science**, v. 28, n. 6, p. 1515–1524, 1993.

ZHANG, X. X. et al. High damping capacity in porous NiTi alloy with bimodal pore architecture. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 550, p. 297–301, fev. 2013.